

# **Hochaufgelöste Elektronenstreu- experimente für Anwendungen in der Elektronenmikroskopie und der Monte-Carlo-Simulation der Elektronenstreuung**

von Diplom-Physiker

**Dirk Berger**

aus Berlin

Vom Fachbereich 4 (Physik)  
der Technischen Universität Berlin  
zur Verleihung des akademischen Grades  
Doktor der Ingenieurwissenschaften  
genehmigte Dissertation

Berlin 2000

D 83

Die Deutsche Bibliothek - CIP-Einheitsaufnahme

**Berger, Dirk:**

Hochaufgelöste Elektronenstreuexperimente für Anwendungen  
in der Elektronenmikroskopie und der Monte-Carlo-Simulation der  
Elektronenstreuung / vorgelegt von Dirk Berger.

- Berlin : Mensch-und-Buch-Verl., 2000

Zugl.: Berlin, Techn. Univ., Diss., 2000

ISBN 3-89820-114-7

eingereicht am 17. 3. 2000

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 14. 4. 2000

Promotionsausschuß:

Vorsitzender: Prof. Dr. J. Willer

Gutachter: Prof. Dr. O. Bostanjoglo

Prof. Dr. Ing. H. Niedrig

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages  
ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus zu vervielfältigen.

© MENSCH & BUCH VERLAG, Berlin 2000

Sprengeistr. 4-5, 13353 Berlin • ☎ 030 - 45 49 48 66

<http://www.menschundbuch.de> • [info@menschundbuch.de](mailto:info@menschundbuch.de)

## Kurzfassung

### Hochaufgelöste Elektronenstreuexperimente für Anwendungen in der Elektronenmikroskopie und der Monte-Carlo-Simulation der Elektronenstreuung

In dieser Arbeit werden hochaufgelöste Messungen der Energie- und vollständigen Winkelverteilungen der Streuung von 20 keV-Elektronen gezeigt (Energieauflösung 0,55%). Die Ergebnisse werden hinsichtlich des Verständnisses der fundamentalen Streuprozesse, der Bildinterpretation in der Elektronenmikroskopie und neuer Detektorsysteme der Rasterelektronenmikroskopie sowie der Verifizierung von Modellen und Simulationen diskutiert. Die Untersuchungen schließen Detektionswinkel nahe der Targetoberfläche und den schiefwinkligen Elektroneneinfall zum Teil erstmalig ein. Die verwendeten kompakten elektrostatischen Spektrometer mit sphärischer und toroidaler Geometrie werden charakterisiert und verglichen. Für den Erhalt hochaufgelöster Spektren müssen die gemessenen Spektren von der Antwortfunktion des Spektrometers entfaltet werden.

Für die Winkelverteilung der Rückstreuung an mehratomigen massiven Proben und der Transmission durch dünne Metallfilme werden neue funktionelle Zusammenhänge gefunden und diskutiert. Ferner werden die Aussagefähigkeiten von Monte-Carlo-Simulationen, die unterschiedliche physikalische Modelle verwenden, betrachtet. Es stellt sich heraus, daß die Simulation hochaufgelöster Spektren nur bei Berücksichtigung von statistisch verteilten Energieverlustfluktuationen anstelle der zuvor betrachteten weglängenabhängigen Verluste möglich ist. Als weitere Anwendung der Elektronenspektroskopie wird ein neues Meßverfahren für die Mikrotomographie (tiefenselektive Abbildung) im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Anhand der Streuung an einkristallinen Proben wird der Einfluß von Channelingeffekten (anomale Transmission und Absorption) auf die Rückstreuenspektren demonstriert.

## Abstract

### High resolution measurements of the electron scattering for applications in electron microscopy and Monte-Carlo simulations of electron scattering

This work presents high resolution measurements of the energy and complete angular distribution of the scattering of 20 keV electrons (energy resolution 0.55%). The examinations include take-off angles close to the target surface and non-perpendicular incidences of electrons partly for the first time. The results are of interest for the understanding of fundamental scattering processes, the interpretation of signals and new detector systems in electron microscopy and electron spectroscopy. Furthermore, they are used for the verification of electron scattering models and simulations. The applied compact electrostatic spectrometers with spherical and toroidal geometries are characterized and compared. High resolution spectra are obtained by deconvolution of the measured spectra by the response characteristic of the spectrometer.

New formulae for the description of the angular distribution of the backscattering from multicomponent specimens and of the transmission of electrons through thin metal films are found and discussed. Moreover, Monte-Carlo simulations based on different physical models and their abilities of predicting the experimental results are considered. It turns out that the introduction of statistical fluctuations of energy losses instead of pathlength depending losses is necessary for the simulation of high resolution spectra. For applications in electron spectroscopy a new detector scheme for microtomography (imaging of subsurface structures) in the scanning electron microscope is examined. By means of the scattering at monocrystalline samples the influence of channeling (anomalous absorption and transmission) on backscattered electron spectra is shown.

Captions are given in English language.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Kapitel 1</b>	<b>Einführung und Aufgabenstellung</b>	<b>1</b>
<b>Kapitel 2</b>	<b>Elektron-Materie-Wechselwirkung und ihre Beschreibung</b>	<b>3</b>
2.1	Phänomenologische Beschreibung	
2.1.1	Elastische Streuung	4
2.1.2	Unelastische Streuung	4
2.2	Monte-Carlo-Simulationen (MC Simulationen)	7
2.2.1	Schemata von MC Simulationen	7
2.2.2	MC Simulationen basierend auf dem „single scattering model“	9
2.2.3	Elastische Streuquerschnitte	9
2.2.4	Unelastische Streuung	13
2.2.5	Energieverlustfluktuationen (Straggling)	16
2.2.6	MC Simulation nach S. Zaitsev	19
<b>Kapitel 3</b>	<b>Experimenteller Aufbau</b>	<b>23</b>
3.1	Streuapparat von T. Wittich zur Aufnahme von Winkelverteilungen	24
3.2	Modifikationen an der Streuapparat von T. Wittich	
3.2.1	Vakuumsystem	28
3.2.2	Rutschkupplungen	29
3.2.3	Videokamera	29
3.2.4	Neue Detektordiode	30
3.2.5	Korrektur des Meßwerterfassungsprogramms „cabe“	30
3.2.6	Magnetische Abschirmung	31
3.3	Das sphärische Spektrometer	32
3.3.1	Aufbau und elektronenoptische Parameter des Spektrometers	32
3.3.2	Die Meß- und Hochspannungselektronik	32
3.3.3	Die Meßwerterfassungssoftware SDES	36
3.4	Charakterisierung des sphärischen Spektrometers	39
3.4.1	Asymmetrische Ablenkspannung	40
3.4.2	Transmissionscharakteristik	41
3.4.3	Meßplatz zur Aufnahme der Transmissionscharakteristik	43
3.4.4	Messungen der Transmissionscharakteristik	45
3.4.5	Messungen von Energieauflösung und -abhängigkeit	47
3.4.6	Spektrometerfaktor	49
3.4.7	Lage- und Winkelakzeptanz	49
3.5	Die toroidalen Spektrometer (Rau-Spektrometer)	52
3.5.1	Konstruktionsprinzip und Herstellung der Rau-Spektrometer	53
3.5.2	Meßplätze zur Charakterisierung der Rau-Spektrometer	56
3.5.3	Transmissionscharakteristik des Moskauer Rau-Spektrometers	57
3.5.4	Transmissionscharakteristik des Berliner Rau-Spektrometers	59

3.6	Probenpräparation	
3.6.1	Massive Metallproben	62
3.6.2	Herstellung dünner freitragender Metallschichten	62
3.6.3	Schichtdickenbestimmung	63
<b>Kapitel 4</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>68</b>
4.1	Winkelverteilung der Rückstreuung von massiven Metallproben	
4.1.1	Ergänzung der Arbeiten von T. Wittich	69
4.1.2	Vergleich mit Monte-Carlo-Simulationen von S. Zaitsev	69
4.2	Winkelverteilung der Rückstreuung an mehratomigen Metallproben	71
4.2.1	Literaturübersicht	72
4.2.2	Messungen der Winkelverteilungen und Auswertung	73
4.3	Winkelverteilung der Vorwärts- und Rückstreuung an dünnen freitragenden Metallfilmen	76
4.3.1	Beschreibungen der Winkelverteilungen	76
4.3.2	Messungen der Winkelverteilungen an Goldfilmen	79
4.3.3	Neue Funktion zur vollständigen Beschreibung der Winkelverteilung transmittierter Elektronen bei schiefwinkligem Einfall	81
4.3.4	Messungen der Winkelverteilungen an Aluminiumfilmen	84
4.4	Spektren aufgenommen mit den Rau-Spektrometern	87
4.4.1	Abbildung verdeckter Schichten in Mehrschichtsystemen	87
4.4.2	Rückstreupektren an massiven Metallproben	89
4.4.3	Rückstreupektren an dünnen freitragenden Metallfilmen	91
4.5	Hochauflösende Energie- und Winkelverteilungen der Elektronenstreuung	92
4.5.1	Rückstreupektren an massiven Proben bei senkrechtem Einfall	92
4.5.2	Rückstreupektren an massiven Proben bei streifendem Einfall	96
4.5.3	Streuung an dünnen freitragenden Schichten bei senkrechtem Einfall	98
4.6	Exkurs: Energieverteilung der Streuung an einkristallinen Proben	102
<b>Kapitel 5</b>	<b>Ergebniszusammenfassung und Ausblick</b>	
5.1	Einordnung und Anwendungen der Meßergebnisse	104
5.2	Ergebnisse	105
5.3	Ausblick	109
Anhang A	Datenblatt der Si-Avalanchediode C30921E	I
Anhang B	Listing der Meßwerterfassungssoftware SDES	II
Anhang C	Aufdampfanlage	VIII
Anhang D	Kooperationspartner	XI
Anhang E	Captions in English language	XI
Anhang F	Vorträge und Veröffentlichungen	XV
Danksagung		XVII
Literatur		XVIII
Lebenslauf		XXVII



## Kapitel 1

### Einleitung und Aufgabenstellung

Elektronenmikroskopie und Elektronenspektroskopie sind etablierte Methoden der Abbildung, der geometrischen und chemischen Analyse sowie der Manipulation kleinster Strukturen. Für deren Weiterentwicklungen (höhere Auflösungen und neue Meßmethoden) ist einerseits die exakte Kenntnis der Elektronenstreuung, die fundamentale Grundlage aller elektronenmikroskopischer Methoden ist, notwendig. Andererseits ist damit das Interesse an geeigneten Modellen und Simulationen der Elektronenstreuung verbunden, die bei dem Verständnis der aufgenommenen Meßgrößen helfen und die meßtechnisch nicht zugängliche Größen vorher-sagen können.

Herausragende Bedeutung haben die Monte-Carlo-Simulationen bekommen, da sie zugrundeliegende physikalische Gesetzmäßigkeiten mit der Statistik vieler Elektronen verknüpfen. Eine Simulation ist höchstens so gut wie die hineingesteckten Modelle. Je komplexer diese wiederum werden, desto präziser müssen die zur Verifizierung herangezogenen Messungen sein. Insbesondere kann die zunächst verwendete Vernachlässigung von Fluktuationen der Energieverluste keine präzise Beschreibung der Elektronenstreuung sein. Werden diese Fluktuationen in die Monte-Carlo-Simulation<sup>1</sup> eingefügt, dann weichen die Ergebnisse erheblich von den vormals betrachteten Messungen ab. Das liegt an deren Ungenauigkeiten, wie neue hochaufgelöste Experimente dieser Arbeit zeigen, mit denen die mit Energieverlustfluktuationen simulierten Spektren gut übereinstimmen.

Diese Arbeit zeigt außerdem Messungen für die Verifizierung der künftigen Erweiterung von Monte-Carlo-Simulationen auf die präzise Vorhersage von Winkelverteilungen. Diese Erweiterung ist z. B. in der Elektronenmikroskopie für die Simulation des Einflusses von Oberflächenstrukturen und die Simulation von Signalen von Detektoren mit begrenztem Raumwinkel von Interesse.

In dieser Arbeit werden ausschließlich Monte-Carlo-Simulationen betrachtet. Sie schließt sich damit an die vorangegangene Arbeit [Wittich 1995] an, in der analytische Modelle mit Messungen der Winkelverteilung der Rückstreuung verglichen wurden.

Neben verbesserten Modellen und Simulationen sind neue Detektor- und Meßsysteme von Interesse. Ein Schwerpunkt der Arbeit ist die Konzipierung, Umsetzung und Kalibrierung neuer Meßverfahren für hochaufgelöste Elektronenstreuexperimente, insbesondere zur Aufnahme energie- und winkelaufgelöster Streuverteilungen. Zu diesem Zwecke konnte ein kompaktes sphärisches Elektronenspektrometer erfolgreich angewendet werden. Zudem wird in dieser Arbeit ein toroidales elektrostatisches Spektrometer, eingebaut in einem Ras-

---

<sup>1</sup> Die Monte-Carlo-Simulationen wurden begleitend zu dieser Arbeit im Rahmen einer mehrjährigen Kooperation durch S. Zaitsev, Chernogolovka, implementiert.

terelektronenmikroskop, untersucht, mit dem verdeckte Ebenen von Mehrschichtsystemen abgebildet werden können. Die prinzipielle Funktionsweise dieser Meßmethode wird veranschaulicht. Für die spätere Analyse der Bildinformation dieses Detektors können die Messungen der fundamentalen Streuprozesse dieser Arbeit ebenfalls angewendet werden.

Damit ergibt sich folgende Aufgabenstellung für diese Arbeit:

1. Messungen der vollständigen Winkelverteilung der Streuung an Legierungen und dünnen freitragenden Filmen und deren Beschreibung mit einfachen physikalisch plausiblen Gesetzmäßigkeiten
2. Messungen von hochaufgelösten Energie- und Winkelverteilungen der fundamentalen Streuprozesse; dazu u. a. Charakterisierung und Einbau eines kompakten elektrostatischen Spektrometers in eine Meßapparatur, in der die vollständige Winkelverteilung gemessen werden kann; unter „hochaufgelöst“ ist hier sowohl in der Energie als auch in den Winkeln eine Auflösung deutlich kleiner 1 % zu verstehen
3. Analyse bestehender Monte-Carlo-Simulationen und Durchführung geeigneter Messungen zur Verifizierung dieser Simulationen und der von S. Zaitsev verbesserten und zu verbessernden Simulation
4. Aufbau und Charakterisierung eines toroidalen elektrostatischen Spektrometers für die Mikrotomographie im Rasterelektronenmikroskop

Die Arbeit behandelt zunächst (Kap. 2) phänomenologisch die Elektron-Materie-Wechselwirkung anhand von Modellen, die in bestehenden Monte-Carlo-Simulationen Eingang gefunden haben. Dabei kann gleichzeitig der Zusammenhang zwischen Komplexität des hineingesteckten Modells und möglichen Aussagen der Simulation betrachtet werden. Eine Tabelle am Ende des Kapitels faßt diese Ergebnisse zusammen.

In Kapitel 3 werden alle in dieser Arbeit verwendeten Meßgeräte und -methoden beschrieben und die Untersuchungen zur Charakterisierung der Spektrometer dargestellt.

Kapitel 4 beinhaltet die Ergebnisse, wobei zunächst die Messungen der Elektronenstreuung an massiven Metallen, an massiven Legierungen und an dünnen freitragenden Metallfilmen beschrieben werden. Neue Funktionen zur Beschreibung der Winkelverteilung an Legierungen und der Transmission durch dünne Schichten werden dargestellt. Danach beschreibt das Kapitel 4 den Einsatz des neuen toroidalen Spektrometers für die Mikrotomographie im Rasterelektronenmikroskop. Es folgen schließlich die hochaufgelösten Messungen der Elektronenstreuung, die für das allgemeine Verständnis der Elektronenstreuung sowie für die Verifizierung von Modellen und Simulationen von Interesse sind. Dabei kann auch gezeigt werden, inwiefern diese hochaufgelösten Messungen bereits in die Verbesserung von Monte-Carlo-Simulationen mit Energieverlustfluktuationen Eingang gefunden haben. Als Exkurs wird am Ende des Kapitels 4 eine Messung gezeigt, die den Einfluß von Channelingeffekten (anomale Absorption) auf Rückstreuenspektren an einem Kristall aufnimmt und die für die Energiekalibrierung der vorangegangenen Messungen dient.

Die jeweils ersten Absätze der Kapitel sind derart gestaltet, daß sie einen fortlaufenden Text bilden, der dem Leser einen ersten Überblick verschaffen soll.



## Kapitel 2

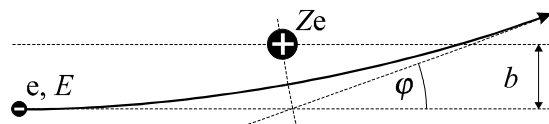
### Elektron-Materie-Wechselwirkung und ihre Simulation

Die Wechselwirkung von schnellen Elektronen in Materie lässt sich in elastische und unelastische Streuung unterteilen. Die elastische Streuung entsteht durch die Ablenkung der Elektronen im Coulombfeld der Atomkerne, wobei die Abschirmung des Feldes der positiv geladenen Kerne durch die Elektronenhülle der Atome zu berücksichtigen ist. Bei der elastischen Streuung mit kleinen Ablenkwinkeln tritt dabei (fast) kein Energieverlust auf, da die Masse der Elektronen mindestens 2000fach kleiner ist als die der Kerne. Die elastische Streuung in große Winkel (v. a. in Rückstreuung) hingegen kann mit einem Energieübertrag auf den Atomkern verbunden sein. Dieser liegt in der Größenordnung von bis zu 30 eV und hat die Auslenkung der Kerne im Atomgitter des Streumediums zur Folge.

Die unelastische Streuung entsteht durch die Wechselwirkung der einfallenden Elektronen mit den Hüllenelektronen der Atome, wobei die Ablenkung der einfallenden Elektronen (Einzelstoß) maximal  $90^\circ$  beträgt. Die unelastische Streuung ist stets mit einem Energieübertrag verbunden, der bei Interband-, Intraband- und Plasmonenanregung bis zu 50 eV und bei Inner-Schalen-Ionisationen bis zu 1500 eV betragen kann. Diese Anregungsenergie wird dann in Form von elektromagnetischer Strahlung, Phononenanregung (Wärme) oder mit der Erzeugung von Sekundär- und Augerelektronen wieder abgegeben.

Die theoretische Beschreibung (analytische Modelle) oder die Simulation (empirische Modelle und Monte-Carlo-Simulationen) der Elektron-Materie-Wechselwirkung muß alle Effekte der elastischen und unelastischen Streuung mit den damit verbundenen Energie- und Winkeländerungen berücksichtigen unter der Voraussetzung, daß diese mehrfach und in beliebiger Reihenfolge auftreten können, und zwar sowohl für einfallende Elektronen als auch für sekundär ausgelöste Elektronen im Streumedium.

Beide Streumechanismen sollen zunächst phänomenologisch beschrieben werden (Kap. 2.1), um dann die Möglichkeiten ihrer Berücksichtigung in Monte-Carlo-Simulationen (Kap. 2.2) zu erörtern. Dabei werden die in der Literatur veröffentlichten Implementierungen und die im Rahmen der Kooperation mit S. Zaitsev von ihm entwickelte Simulation hinsichtlich der Anwendbarkeit besprochen und in einer Tabelle am Ende des Kapitels miteinander verglichen.



**Abb. 2.1:** Hyperbelbahn eines Elektrons im elektrostatischen Feld eines Atomkerns;  $b$  = Stoßparameter,  $\varphi$  = Ablenkwinkel,  $E$  = kinetische Energie,  $e$  = Elektronenladung

## 2.1 Phänomenologische Beschreibung

### 2.1.1 Elastische Streuung

Üblicherweise wird die elastische Streuung unter Vernachlässigung eines Energieübertrags an das Atomgitter betrachtet, so daß im Sprachgebrauch oft elastische Streuung mit energieverlustfreier Streuung gleichgesetzt wird. Das Elektron durchläuft im elektrostatischen Feld des Atomkerns eine Hyperbelbahn (Abb. 2.1), wobei der Ablenkwinkel  $\varphi$  zwischen den Bahnasymptoten vom Stoßparameter  $b$ , dem Abstand der ungestörten Bahn vom Kern, abhängt:

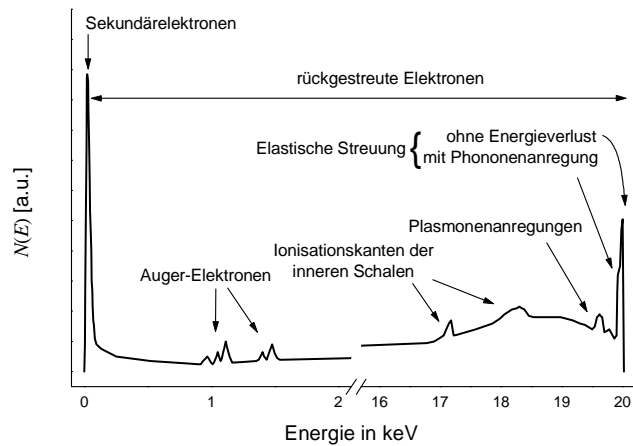
$$\tan \frac{\varphi}{2} = \frac{Ze^2}{8\pi\epsilon_0 E} \frac{1}{b} \quad (2.1)$$

mit der kinetischen Energie  $E$  des Elektrons, der Ordnungszahl  $Z$  des Streuatoms und dem Stoßparameter  $b$ . Je weiter das Elektron beim Vorbeiflug vom Kern entfernt ist, desto kleiner ist der Ablenkwinkel (Gl. 2.1). Für sehr große Stoßparameter allerdings gerät das Elektron in den Bereich der Elektronenhülle oder bereits in das Feld des Nachbaratoms, so daß das vorbeifliegende Elektron ein kleineres Feld „sieht“. Dieser Effekt kann durch den Ersatz des Coulombpotentials durch ein „abgeschirmtes“ Potential (z. B. Wentzel-Potential) und/oder durch ein überlagertes Potential benachbarter Atome berücksichtigt werden [Raith 1968].

Jedoch ist das Coulombpotential auch dann zu korrigieren, wenn das Elektron sehr dicht am Kern vorbeifliegt (große Ablenkwinkel bei der Rückstreuung). In diesem Fall kommt es zu einer Wechselwirkung des Spins des vorbeifliegenden Elektrons und seines Bahnmoments mit dem Kernspin. Dieser Effekt wird üblicherweise durch die Verwendung des Mott-Streuquerschnitts berücksichtigt, die vor allem für schwere Elemente und kleine Energien notwendig ist. Bei den in dieser Arbeit verwendeten Elektronenenergien von unter 20 keV können relativistische Effekte sowie das Eindringen der Streuelekttronen in den Atomkern vernachlässigt werden. Ferner können keine Beugungs- oder Interferenzeffekte auftreten, da - mit Ausnahme des Exkurses in Kap. 4.6 - nur amorphe Proben verwendet werden.

### 2.1.2 Unelastische Streuung

Während bei der elastischen Streuung die gesamte kinetische Energie der Stoßpartner erhalten bleibt, muß bei der unelastischen Streuung der Energieerhaltungssatz um die innere Energie des Streumediums erweitert werden. Wie auch bei der elastischen Streuung ergibt sich die Flugrichtung der Streupartner aus dem Erhalt des Gesamtdrehmoments.



**Abb. 2.2:** Schematisches Rückstreu-elektronenspektrum, die Zahlenwerte an der Abszisse sollen die Größenordnung der Elektronenverluste für eine Primärenergie von  $E_0 = 20$  keV veranschaulichen

Bei der inneren Energie des Streumediums handelt es sich um Energiezustände der Hüllenelektronen des Atoms und um Anregungszustände des Elektronengases und des Atomverbandes. Die möglichen Anregungsprozesse der elastischen und unelastischen Streuung lassen sich aus dem schematischen Rückstreupektrum Abb. 2.2 ersehen, das aus den folgenden Anteilen besteht:

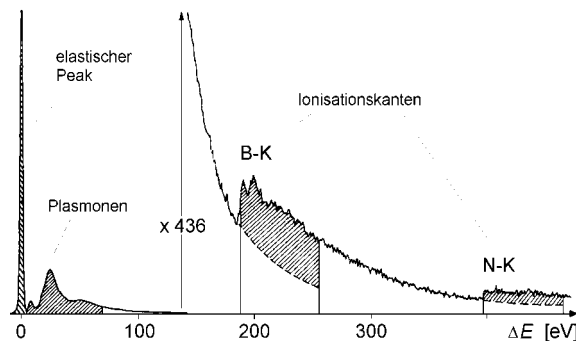
- 1) **„Elastischer Peak“:** Eine endliche Anzahl von Primärelektronen wird energieverlustfrei an den Atomkernen gestreut. Die endliche Breite des elastischen Peaks entsteht durch kleine kontinuierliche Energieverluste (s. auch unter „Phononen“ und „Untergrund“) der elastisch gestreuten Elektronen.
- 2) **Phononen:** Die kleinsten Energieverluste (unter 1 eV) erfahren einfallende Elektronen durch die Anregung von bzw. der Wechselwirkung mit Gitterschwingungen (Phononen, engl. „Thermal Diffuse Scattering“), die aus dem Übertrag kinetischer Energie des Elektrons auf den Atomkern entstehen.
- 3) **Plasmonen:** Die Valenzelektronen eines Metalls verhalten sich aufgrund ihrer geringen Kernbindung annähernd wie ein freies Elektronengas, in dem kollektive Schwingungen (Plasmonen) angeregt werden können, wobei die dielektrische Theorie [z. B. Geiger 1968] aussagt, daß in Metallen nur longitudinale Modi (Dichteschwankungen) auftreten können. Aufgrund der kleinen Anregungsenergie von bis zu einigen 10 eV ist dieser Streuprozess nur mit einer sehr kleinen Richtungsänderung des Elektrons verbunden (Drehimpulserhaltung). Es gibt Oberflächen- und Volumenplasmonen, die mehrfach und in beliebiger Kombination im Spektrum auftauchen können.
- 4) **Ionisation:** Bei einem Stoß des Primärelektrons mit einem Hüllenelektron kann der Energieübertrag so groß sein, daß letzteres in einen Energiezustand oberhalb der Fermieenergie oder der Vakuumenergie angeregt und das Atom ionisiert wird. Bei Stößen mit quasifreien Valenzelektronen (nicht ganz zutreffend auch Compton-Streuung genannt) entspricht der wahrscheinlichste Energieübertrag der halben Primärenergie und der Streuwinkel liegt zwischen 0 und 90°. Durch Stöße mit Elektronen der inneren Schalen

treten im Spektrum die charakteristischen Ionisationskanten mit den betreffenden Ionisationsenergien, die bei leichten Elementen einige 100 eV und bei schweren bis zu einigen 10 keV betragen, auf.

- 5) **Augerelektronen:** Die Relaxation angeregter Zustände der Hüllenelektronen kann mit der Auslösung eines Augerelektrons verbunden sein, was im Spektrum bei der entsprechenden Energie (zwischen 100 eV bis 2 keV) auftritt.
- 6) **Sekundärelektronen:** Sekundärelektronen haben per Definition eine Energie kleiner als 50 eV (die wahrscheinlichste Energie beträgt einige eV) und stammen folglich nur aus der oberflächennahen Schicht. Die Winkelverteilung ist homogen in allen Raumrichtungen und unabhängig vom Einfallswinkel der Primärelektronen. Die Sekundärelektronenrate  $\delta$  hingegen hängt stark vom Elektroneneinfallswinkel bzw. der Oberflächentopographie und der Elektronenenergie ab.
- 7) **„Untergrund“:** Neben den charakteristischen Peaks des Spektrums mit diskreten Energieverlusten gibt es einen breiten Untergrund, der aus Elektron-Elektron-Stößen mit einem Energieübertrag von bis zur halben Primärenergie, im Streumedium abgebremsten Primärelektronen (unter Aussendung von Bremsstrahlung) und aus der Mehrfach- und Vielfachstreuung von Primärelektronen und ausgelösten Elektronen besteht.

In orts aufgelösten Streuspektren lassen sich auch Zweifachstreuungsprozesse beobachten, so zeigt sich z. B. in Spektren der Transmission durch sehr dünne Schichten ( $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) eine deutliche Anzahl von Elektronen mit ungefähr der halben Primärenergie [Schmoranzner 1976]. Da ihre Lage im Spektrum vom Detektionswinkel abhängt, werden diese Elektronen als Endprodukte zweier Elektron-Elektron-Stöße interpretiert.

Die Größenordnung der Energieverluste der beschriebenen Streuprozesse sind in dem schematischen Spektrum aus Abb. 2.2 durch die Beschriftung der Abszisse für eine Primärenergie von  $E_0 = 20 \text{ keV}$  veranschaulicht. Die Frage nach der relativen Intensität der einzelnen Streuprozesse (s. a. Vergleich der Stoßquerschnitte in Fig. 4 in [Shimizu 1976]) soll mit Abb. 2.3 beantwortet werden. Dort ist die Messung [Egerton 1981] des Bereichs kleiner Energieverluste für Bornitrid wiedergegeben. Jedoch werden die im Rahmen dieser Arbeit aufgenommenen Spektren diese Strukturen nicht enthalten, da die relative Energieauflösung des hier verwendeten Spektrometers je nach Konfiguration (s. Kap. 3.5) 0,1% bis 0,6% be-



**Abb. 2.3:** Gemessenes Energieverlustspektrum von Bornitrid [Egerton 1981] mit elastischem Peak, Plasmonen und K-Schalen Ionisation (letzttere 436fach überhöht dargestellt), schraffierte Flächen entstammen der Originalarbeit und sind für die Mikroanalyse von Bedeutung

trägt. Das bedeutet eine absolute Energieauflösung von 20 bis 120 eV bei 20 keV bzw. 10 bis 60 eV bei 10 keV, so daß die relativ scharfen Peaks von elastisch gestreuten Elektronen, von Plasmonen und der Inner-Schalen-Ionisation im gemessenen Spektrum entsprechend verbreitert, verschmiert erscheinen werden. Dennoch sollten sie über dem Untergrund hervortreten (s. Kap. 4).

Der niederenergetische Bereich des Spektrums (insbesondere die Sekundärelektronen) ist mit dem hier verwendeten Detektorsystem (Si-Avalanchediode), das eine untere Energieschwelle von ca. 1 keV hat, nicht meßbar (s. Kap. 3.1).

## 2.2 Monte-Carlo-Simulationen (MC Simulationen)

Monte-Carlo-Simulationen eignen sich für die Beschreibung der Elektronenstreuung in Festkörpern, da ihr statistischer Charakter unter Verwendung von Zufallszahlen die scheinbar zufällig (chaotisch) ablaufenden Streuprozesse gut modelliert: In jedem Experiment der Elektronenstreuung wird eine große Anzahl von Elektronen verwendet (1 nA Strahlstrom entspricht ungefähr 6 Milliarden Elektronen pro Sekunde), die im Festkörper eine Vielzahl von Streuprozessen erfahren, so daß sich die meisten Elektronenbahnen stark voneinander unterscheiden. Daher wird experimentell stets ein Mittelwert vieler Elektronen und vieler Streuevents aufgenommen. Entsprechend verhält es sich bei der MC Simulation, bei der nur statistische Mittelwerte über eine Vielzahl von Durchläufen aussagekräftig sind.

Ein wesentlicher Vorteil von MC Simulationen besteht darin, daß Randwerte, wie zum Beispiel ein räumlich begrenzter Festkörper, eine strukturierte Oberfläche [Börner 1990], Mehrschichtsysteme [Ding 1994c, Ly 1992] oder Proximityeffekte in der Lithographie [Browning 1991], sehr einfach berücksichtigt werden können. Ferner bieten sie die Möglichkeit, meßtechnisch nicht oder nur schwer zugängliche Größen, wie zum Beispiel die Strahlaufweitung und die Energiedeposition im Festkörper, zu bestimmen. Natürlich bestehen diese Vorteile bei analytischen Modellen der Elektronenstreuung ebenso, sofern die Fragestellung mathematisch lösbar ist.

### 2.2.1 Schemata von MC Simulationen

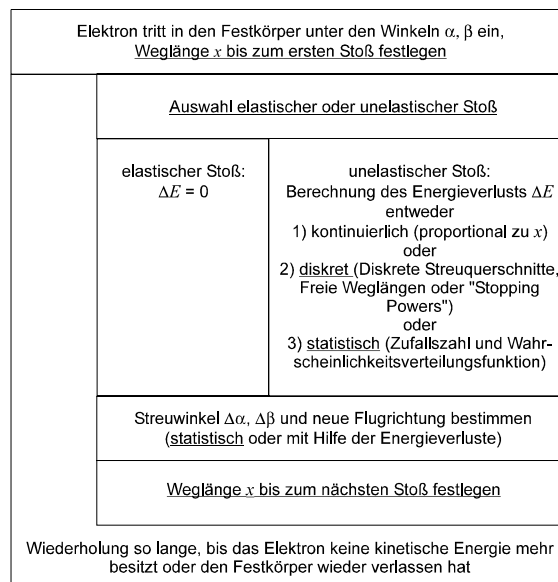
Der statistische Charakter von MC Simulationen bedingt die Notwendigkeit, möglichst viele Elektronenbahnen zu berechnen, was mit einem hohen Rechenaufwand verbunden ist. Daher sind die MC Simulationen im Laufe der Zeit analog zur Steigerung der Leistungsfähigkeit der Computer komplexer geworden, s. Tab. 2.1 am Ende des Kapitels.

Die ersten MC Simulationen Mitte der 50er Jahre verwendeten das „**multiple scattering model**“, bei dem die Länge der einzelnen Segmente der Elektronentrajektorie im Festkörper durch eine Funktion (konstante Länge, logarithmische Abnahme der Länge, ...) a priori fest vorgegeben ist. Jedem Segment wird dann eine Gruppe vieler Streuprozesse zugeordnet, die zu mittleren oder statistisch verteilten Ablenkungen und Energieverlusten des Elektrons führen. Alternativ lassen sich auch die Energieverluste je Wegsegment vorgeben, und

die Weglänge wird dann aus Mehrfachstreuengesetzen bestimmt. In späteren MC Simulationen wurde dann das „multiple scattering model“ durch zusätzliche Einfachstreuungen (sog. „catastrophic collisions“) am Ende jedes Segments ergänzt, um die Streuung in große Winkel und/oder mit großen Energieverlusten zu simulieren. Dieses Schema, die Trennung von Einzel- und Vielfachstreuung, wird zum Teil in modifizierter Form auch heute noch verwendet [Reimer: Mocasim, Zaitsev 1999a]. Eine ausführliche Übersicht der ersten MC Simulationen befindet sich in der Literatur [Berger 1963].

Neuere MC Simulationen verwenden das „**single scattering model**“, das die Länge der Wegsegmente an die freie Weglänge zwischen zwei Streuprozessen oder an einen Streuquerschnitt koppelt. Die Winkelablenkung zwischen zwei Segmenten wird dann (physikalisch exakt) durch Einfachstreuengesetze beschrieben. Dank moderner Computer können dabei inzwischen nicht nur die elastische Coulombstreuung, sondern auch fast alle unelastischen Streuprozesse berücksichtigt werden (s. u.).

Um die Unterschiede der bestehenden MC Simulationen basierend auf dem „single scattering model“ besser erläutern zu können, soll im folgenden der prinzipielle Aufbau dieser Simulationen dargestellt werden. Auch dient diese Darstellung dem Verständnis der in dieser Arbeit vielfach für den Vergleich mit den Meßergebnissen dieser Arbeit zitierten MC Simulation von S. Zaitsev (s. Kap. 2.2.6). Die bekannten MC Simulationen werden in Tab. 2.1 am Ende des Kapitels hinsichtlich ihrer Aussagefähigkeiten verglichen.



**Abb. 2.4:** Schematischer Ablauf der Verfolgung der Elektronentrajektorie in den Monte-Carlo-Simulationen; unterstrichene Größen werden statistisch mit Zufallszahlen ermittelt

### 2.2.2 MC Simulationen basierend auf dem „single scattering model“

Der prinzipielle Aufbau dieser MC Simulationen folgt dem in Abb. 2.4 dargestellten Schema. Die Simulation verfolgt den Weg eines Elektrons durch den Festkörper, wobei der Weg zwischen zwei Streuprozessen als geradlinig angenommen wird. Bei jedem Streuprozess wird anhand von gleichverteilten Zufallszahlen ermittelt,

- ob ein elastischer oder unelastischer Prozeß stattfinden soll,
- welche kinetische Energie das Elektron verlieren soll,
- in welcher Richtung das Elektron weiterfliegen soll und
- welche Weglänge das Elektron bis zum nächsten Streuprozess zurücklegen soll.

Die verschiedenen Implementierungen von MC Simulationen unterscheiden sich im wesentlichen in der Auswahl der elastischen und unelastischen Streuquerschnitte und der Art der Energieverlustberücksichtigung.

### 2.2.3 Elastische Streuquerschnitte

#### 1. Rutherford-Streuquerschnitt

Da die elastische Streuung des Elektrons am Kern durch die Coulombkraft bestimmt ist, wird vielfach der Rutherford-Streuquerschnitt verwendet. Dieser Effekt wird sowohl klassisch (Abb. 2.1) als auch quantenmechanisch aus der Lösung der Schrödingergleichung in der 1. Bornschen Näherung [z. B. Flügge 1965] durch den differentiellen Rutherford-Streuquerschnitt beschrieben:

$$\frac{d\sigma_{\text{Ruther}}}{d\Omega} = \frac{Z^2}{64\pi a_H^2} \left( \frac{\lambda}{\sin \vartheta/2} \right)^4 \quad (2.2)$$

mit der Ordnungszahl  $Z$ , dem Bohr-Radius  $a_H$ , der Elektronenwellenlänge  $\lambda$ , dem Streuwinkel  $\vartheta$  und dem differentiellen Streuquerschnitt  $d\sigma = 2\pi b db$  im Raumwinkelement  $d\Omega$ .

Dieser Streuquerschnitt berücksichtigt die Streuung am Kern unter der Voraussetzung, daß das Feld bis ins Unendliche reicht. Daher besitzt Gleichung (2.2) bei  $\vartheta = 0^\circ$  (unendlich großer Stoßparameter) eine Singularität, der Streuquerschnitt nimmt einen unendlich großen Wert an. Physikalisch muß jedoch für den Fall großer Stoßparameter die Abschirmung des Kernpotentials durch die Hüllenelektronen in Betracht gezogen werden. Dieser Effekt kann beim Streuquerschnitt berücksichtigt werden, indem das Coulombpotential mit einem (empirischen) Dämpfungsfaktor, der die Reichweite des Coulombfeldes herabsetzt, versehen wird:

$$V(r) = -\frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 r} e^{-\omega r}. \quad (2.3)$$

Für  $\omega = Z^{1/3} a_H$  mit dem Bohrschen Radius  $a_H = \frac{h^2 \epsilon_0}{\pi m_0 e^2}$  ist das gerade das Wentzel-Potential [Wentzel 1927], das in verschiedenen MC Simulationen verwendet wird [Börner 1990, Liljequist 1985, Ly 1992, Ly 1995, Shimizu 1975 und 1976].

Der Abschirmfaktor  $\omega$  läßt sich auch bestimmen, wenn das Coulombpotential durch andere Potentiale ersetzt wird (ein ausführlicher Vergleich der Atompotentiale findet sich in [Jablonski 1989]), z. B. durch das Thomas-Fermi- (stetige Ladungsverteilung in der Atomhülle) oder das Hartree-Fock- (Schalenstruktur des Atomaufbaus) Potential. Für die MC Simulation ist dabei die Berechnung des Thomas-Fermi-Potentials nach [Nigam 1959] von Bedeutung:

$$\omega = 1,2651 \cdot Z^{1/3} a_H, \quad (2.4)$$

das in zahlreichen MC Simulationen verwendet wird [Kotera 1981, Guerorguiv 1996, Murata 1982, Murata 1974, Shimizu 1972]. Experimentelle Arbeiten zum Vergleich der verschiedenen Abschirmfaktoren sind nicht bekannt, lediglich in [Shimizu 1972] wird berichtet, daß der Abschirmfaktor nach Gleichung (2.4) die Winkelverteilung der Elektronenstreuung besser beschreibt. Dennoch benutzen dieselben Autoren später [Shimizu 1976] erfolgreich das Wentzel-Potential (2.3).

Unter Berücksichtigung eines der abgeschirmten Potentiale läßt sich nun der differentielle Wirkungsquerschnitt ausrechnen [Reimer 1984a]:

$$\frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} = \frac{e^4 Z^2}{64\pi^2 \epsilon_0^2 E^2} \left( \frac{E + E_0}{E + 2E_0} \right)^2 \frac{1}{(\sin^2(\vartheta/2) + \alpha)^2} \quad (2.5)$$

mit dem Abschirmparameter  $\alpha = \frac{1}{4k} \omega^2 = \frac{e^4 m_0}{32h^2 \epsilon_0^2} \frac{Z^{2/3}}{E}$ . Der Faktor  $\left( \frac{E + E_0}{E + 2E_0} \right)^2$  mit  $E_0 = m_0 c_0^2$  berücksichtigt die relativistische Massenzunahme. Der differentielle Wirkungsquerschnitt (2.5) ist für die Berechnung des Streuwinkels (s. u.) von Interesse.

## 2. Mott-Streuquerschnitte

Die Verwendung des abgeschirmten Rutherford-Streuquerschnitts (2.5) führt vielfach zur guten Übereinstimmung mit den Meßergebnissen (s. obige Referenzen). Werden jedoch kleine Energien und/oder schwere Elemente betrachtet, sind insbesondere die simulierten Winkelverteilungen nicht identisch mit Meßergebnissen. Abhilfe verschafft hier die Betrachtung des Elektronenspins, der mit dem Kernspin in Wechselwirkung tritt und der für Polarisierung



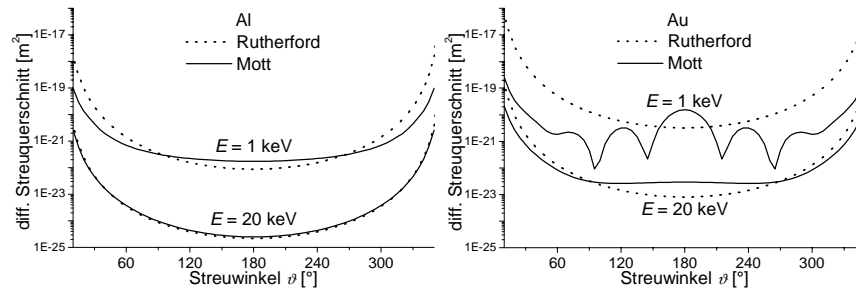
tionseffekte sorgt. Der Spin wird z. B. durch den Mott-Streuquerschnitt berücksichtigt, der gegenüber Gl. (2.5) die allgemeingültigere Lösung ist [Reimer 1976, 1984b, 1986, Kotera 1981, Browning 1995, Howell 1998, Kuhr 1998].

Der Mott-Streuquerschnitt [Mott 1965] ergibt sich üblicherweise aus der Lösung der Diracgleichung, wobei die gesuchte Wellenfunktion um den Spin auf 4 Komponenten (Spinor) erweitert wird. Für Streuprobleme müssen jedoch davon nur 2 Komponenten, entsprechend der Anzahl möglicher Spineinstellungen, betrachtet werden, so daß sich der differentielle Streuquerschnitt  $d\sigma/d\Omega$  als Betragsquadrat der Summe dieser beiden Komponenten ergibt. Für unpolarisiert einfallende Elektronen gibt es keinen Interferenzterm zwischen den beiden Komponenten, und der differentielle Mott-Streuquerschnitt kann als Summe der Beträge zweier Funktionen  $f(\vartheta)$  und  $g(\vartheta)$  geschrieben werden [Greiner 1995]:

$$\frac{d\sigma_{\text{Mott}}}{d\Omega} = |f|^2 + |g|^2. \quad (2.6)$$

Eine der beiden Funktionen kann als Repräsentant der Elektronen, die ihren Spin behalten, und die andere als Repräsentant der Elektronen, deren Spin bei der Streuung umklappt, interpretiert werden [Fink 1970]. Die Funktionen  $f(\vartheta)$  und  $g(\vartheta)$  konnten bisher nur numerisch durch eine Partialwellenentwicklung berechnet werden, wobei verschiedene Atompotentiale verwendet wurden (siehe Übersicht in [Czyzewski 1990]).

Die Winkelverteilungen von Rutherford- und Mott-Streuquerschnitt weichen vor allem für kleine Energien oder Streuer mit hoher Kernladungszahl zum Teil erheblich voneinander ab. Dieses Ergebnis wird in Abb. 2.5 demonstriert, in der beide Streuquerschnitte exemplarisch für Gold- und Aluminiumproben bei 1 und 20 keV aufgetragen sind. Eine sehr ausführliche und übersichtliche Darstellung des Verhältnisses beider Streuquerschnitte für den Energiebereich 0,1 - 50 keV und verschiedene Materialien findet man in [Reimer 1998].



**Abb. 2.5:** Vergleich der differentiellen Streuquerschnitte (beide für unabgeschirmtes Atompotential) für Aluminium (links) und Gold (rechts) für die Energien 1 und 20 keV, Rutherford-Streuquerschnitt (durchgezogen) nach Gleichung (2.2) und Mott-Streuquerschnitt (ausgezogen) aus den Daten in [Reimer 1984b]

Da weder für den differentiellen noch für den totalen Mott-Streuquerschnitt exakte analytische Formeln existieren, können diese nur mittels einer der folgenden beiden Methoden in MC Simulationen verwendet werden:

a) Tabellierung

Die Diracgleichung wird zunächst numerisch gelöst und die Streuquerschnitte werden in einem bestimmten Raster in einer Datei abgelegt, auf die die MC Simulation zugreift, wobei zwischen dem Raster liegende Werte extrapoliert werden [Reimer 1976, 1984b, 1986, 1992, Kotera 1981, Shimizu 1982, Ichimura 1988, Czyzewski 1990, Ding 1990, 1994, 1995, 1996, Yasuda 1995, 1996, Casino 1997, Rosenberg 1999, Zaitsev 1999a]. Entsprechende Tabellen des Mott-Streuquerschnitts sind zuerst bei [Reimer 1984b] veröffentlicht worden, wobei jedoch nur Streuwinkel zwischen  $10^\circ$  und  $180^\circ$  alleine aus der Diracgleichung entstanden sind, während für kleinere Streuwinkel die Molière-Näherung verwendet wurde. Eine vollständige Tabelle der Mott-Streuquerschnitte findet sich bei [Czyzewski 1990] und inzwischen sind diese auch beim NIST (National Institute of Standardisation, Washington, USA) verfügbar [Rosenberg 1999].

b) Fit

Unter Umständen läuft die MC Simulation schneller, wenn die Mott-Streuquerschnitte nicht aus einer externen Tabelle eingelesen werden, sondern sich im Programm in Form einer Fitfunktion befinden. Das trifft insbesondere zu, wenn nur wenige Materialien bei wenigen Energien betrachtet werden. Die Daten von [Reimer 1984b] wurden durch [Browning 1991] gefittet, und die Daten von [Czyzewski 1990] wurden durch [Gauvin 1993] und [Drouin 1994] gefittet, deren Fitfunktion auch durch [Howell 1998] und [Kuhr 1998] verwendet wird. Den totalen Mott-Streuquerschnitt kann man recht genau mit einer Funktion proportional zu  $EZ^{1,43}$  fitten [Browning 1991].

### 3. Berechnung des Streuwinkels

Unabhängig von der Wahl des elastischen Streuquerschnittes ist es nun interessant, wie die Streuwinkel in den MC Simulationen berechnet werden. Mit Hilfe des differentiellen Wirkungsquerschnitts läßt sich die Wahrscheinlichkeit  $R$  dafür berechnen, daß ein Elektron in den Winkelbereich  $0^\circ \dots \vartheta$  gestreut wird:

$$R = \frac{\int_0^\vartheta \frac{d\sigma}{d\Omega} 2\pi \sin \vartheta d\vartheta}{\sigma_{\text{el}}} \quad (2.7)$$

mit einer gleichverteilten Zufallszahl  $R \in [0,1]$  und dem totalen Wirkungsquerschnitt  $\sigma_{\text{el}}$ :

$$\sigma_{\text{el}} = \int_0^{2\pi} \int_0^\pi \frac{d\sigma}{d\Omega} \sin \vartheta d\vartheta d\varphi. \quad (2.8)$$

Aus den Gleichungen (2.5) - (2.8) folgt z. B. mit dem abgeschirmten Rutherford-Streuquerschnitt unter Vernachlässigung der Massenzunahme für den polaren Streuwinkel:

$$\cos \vartheta = 1 - \frac{2\alpha R}{1 + \alpha - R}. \quad (2.9)$$

Der azimutale Streuwinkel  $\varphi$  ergibt sich mit einer weiteren Zufallszahl  $R \in [0,1]$  zu:

$$\varphi = 2\pi R. \quad (2.10)$$

Der totale elastische Streuquerschnitt geht nicht nur in die Normierung von Gl. (2.7) ein, sondern auch in die Berechnung der elastischen mittleren freien Weglänge  $\lambda_{\text{el}}$ :

$$\lambda_{\text{el}} = 1 / N\sigma_{\text{el}}, \quad (2.11)$$

mit der wiederum die Weglänge  $x$  zwischen zwei Streuprozessen (Abb. 2.4) berechnet wird.

Anmerkungen:

- 1) [Gauvin 1993] verwendet nur für den totalen Streuquerschnitt die Theorie nach Mott. Die Streuwinkel hingegen werden, um Rechenzeit zu sparen, mit der analytischen Formel des abgeschirmten Rutherford-Streuquerschnitts berechnet. Dieses Vorgehen ist natürlich nur zu empfehlen, wenn keine Winkelverteilungen simuliert werden sollen.
- 2) Verschiedene Autoren ersetzen den Faktor  $Z^2$  des Rutherford-Streuquerschnitts (2.5) ohne Herleitung durch  $Z(Z+1)$  [Czyzewski 1990, Drouin 1994, Murata 1982]. Damit soll bereits beim elastischen Streuquerschnitt berücksichtigt werden, daß für große Streuwinkel die unelastische Streuung leichter Elemente größer ist als die schwerer.
- 3) Die Gleichung (2.9) gilt nur im „single scattering model“. In den MC Simulationen von Reimer wird diese Gleichung zur Bestimmung des Streuwinkels nur für den Winkelbereich  $10^\circ \dots 180^\circ$  verwendet. Als Ursache für die Streuung in kleinere Winkel wird alleine die Diffusion mit einer rein kosinusförmigen Winkelverteilung angesetzt.

#### 2.2.4 Unelastische Streuung

Während die elastische Streuung nachweislich allgemeingültiger durch den Mott-Streuquerschnitt beschrieben wird, ist die Frage, welcher der zutreffendste unelastische Streuquerschnitt ist, noch Gegenstand der aktuellen Forschung und unter Umständen nur im Zusammenhang mit der jeweiligen speziellen Anwendung der MC Simulation möglich.

Im Prinzip kann die unelastische Streuung anhand

- rein kontinuierlicher (continuous slowing down)
- rein diskreter
- kontinuierlicher plus einzelner diskreter (Hybridmodell) und
- statistisch verteilter (Energieverlustfluktuationen, s. Kap. 2.2.5)

Energieverluste in Monte-Carlo-Simulationen eingefügt werden. Es ist also eine geeignete Energieverlustfunktion gesucht, aus der dann mittels Energie- und Impulssatz auch der Streuwinkel der unelastischen Streuung berechnet wird.

**Kontinuierliche Energieverluste** lassen sich unter der Voraussetzung realisieren, daß das Streuelektron durch Stöße mit den Hüllenelektronen pro Weglängenelement  $ds$  dieselbe Energie  $dE$  verliert [Bethe 1930]:

$$\frac{dE}{ds} = -\frac{2\pi e^4 N_A \rho}{(4\pi\epsilon_0)^2 A} \frac{Z}{E} \ln\left(1,166 \frac{E}{J}\right) \quad (2.12)$$

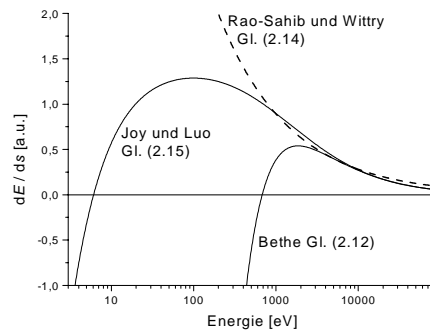
mit der Zahl der Hüllenelektronen  $NZ = (N_A \rho / A)Z$ . Gemäß dieser Energieverlustfunktion („Stopping power“) nimmt die Elektronenenergie kontinuierlich ab und der Energieverlust ist nur von der Weglänge abhängig. Die Ionisationsenergie  $J$  beschreibt eine gemittelte, elementspezifische Anregungsenergie und wird in den meisten MC Simulationen mit Hilfe der Formel [Berger 1964]:

$$J = 9,76 \cdot Z + 58,8 \cdot Z^{-0,19} \quad (2.12b)$$

berechnet (für  $Z > 6$ ). Mit der Energieverlustfunktion werden die weglängenabhängigen Energieverluste  $U$  der unelastischen Streuung nach dem Weg  $x$  berechnet:

$$U = \int_0^x \frac{dE}{ds} dx = \frac{dE}{ds} \cdot x. \quad (2.13)$$

Gleichung (2.12) liefert sinnvolle Energieverluste nur für Energien, die größer als die Ionisierungsenergie (s. Abb. 2.6) sind, für sehr kleine Energien wäre sogar ein Energiezuwachs möglich. Dieses Problem wird in den MC Simulationen am einfachsten [Browning 1991, Gueorguiev 1996, Rosenberg 1999, Kotera 1981, Börner 1990] mittels einer empirischen, parabelförmigen Erweiterung der Energieverlustfunktion auf kleine Energien behoben [Rao-Sahib 1974]:



**Abb. 2.6:** Vergleich der Energieverlustfunktionen in der „continuous slowing down approximation“ (CSDA)

$$\frac{dE}{ds} = -6235,537 \frac{\text{eV}}{\text{m}} \frac{\rho Z}{A} \frac{1}{\sqrt{JE}}, \quad (2.14)$$

die üblicherweise für  $E/J < 6,3$  (Wendepunkt von Gl. (2.12), s. Abb. 2.6) eingesetzt wird.

Ein weiterer Ansatz zur Vermeidung von Energiezuwachsen nach Gl. (2.11) besteht darin, das mittlere Ionisierungspotential  $J$  empirisch durch den energieabhängigen Ausdruck  $J(E + kJ)$  zu ersetzen [Joy 1989]. Die Energieverlustfunktion lautet dann:

$$\frac{dE}{ds} = -\frac{2\pi e^4 N_A \rho}{(4\pi\epsilon_0)^2 A} \frac{Z}{E} \ln\left(1,166 \frac{E + kJ}{J}\right) \quad (2.15)$$

mit  $k=0,77$  für C und  $0,85$  für Au und wird in den MC Simulationen von [Reimer: Mocasim, Ly 1992, Czyzewski 1990] verwendet. Weitere Methoden der Erweiterung der Energieverlustfunktion auf kleine Energien werden in [Joy 1989, Ding 1996] betrachtet.

### Diskrete Energieverluste und Hybridmodell

Die Energieverlustfunktion läßt sich verfeinern, indem die Inner-Schalen- (Gryzinski-Potential), Plasmonen- (Quinn) oder Valenzelektronenanregungen (Streitwolf) konkret berücksichtigt werden, was die exakte Kenntnis der Streuquerschnitte für das betrachtete Material voraussetzt. Für Aluminium ist das der Fall [Shimizu 1976], so daß auf kontinuierliche Energieverluste nach Gl. (2.12) ganz verzichtet und rein diskrete Energieverluste betrachtet werden können.

Für andere Materialien sind nur einzelne der diskreten Streuquerschnitte bekannt, so daß die kontinuierlichen Energieverluste  $(dE/ds)_{\text{CSDA}}$  nach Gl. (2.12), (2.14) oder (2.15) mit diskreten Verlusten  $(dE/ds)_{\text{diskr}}$  kombiniert werden (Hybridmodell). Die weglängenabhängigen Energieverluste lauten dann anstelle von (2.13):

$$U = \left[ (dE/ds)_{\text{CSDA}} - (dE/ds)_{\text{diskr}} \right] \cdot x. \quad (2.16)$$

Hybridmodelle unter Verwendung diskreter Stoßquerschnitte werden in verschiedenen MC Simulationen verwendet [Ding 1994, 1995, Murata 1995, Shimizu 1982, 1983, Yasuda 1995, Ichimura 1988, Reimer 1986].

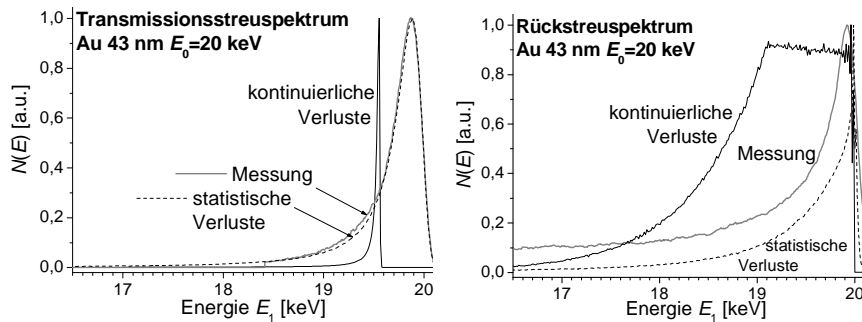
Diskrete Energieverluste lassen sich ferner auch ohne Kenntnis der Wirkungsquerschnitte der elementaren Prozesse berücksichtigen. Die mittlere freie Weglänge zwischen zwei unelastischen Streuprozessen wird dann z. B. aus der dielektrischen Theorie [Geiger 1968] und optischen Daten [Ding 1994, 1995, Ohya 1994a], aus EELS-Messungen [Casino 1997] oder der Theorie [Bethe 1930] der generalisierten Oszillatorstärken [z. B. Liljequist 1985, Murata 1995] bestimmt. Eine umfangreiche Darstellung und die Anwendung auf die Elektronenstreuung bei niedrigen Energien ist in [Kuhr 1998] zu finden.

### 2.2.5 Energieverlustfluktuationen (Straggling)

Die bisher erwähnten Energieverlustfunktionen ordnen jeder von Elektronen durchlaufenen Wegstrecke  $x$  einen festen Energieverlust zu, Gl. (2.13). Es gibt jedoch beliebig viele Trajektorien, die das Zurücklegen der Wegstrecke  $x$  ermöglichen, mit unterschiedlichen Anzahlen von dazwischen liegenden elastischen und unelastischen Streuprozessen. Folglich müssen 2 Elektronen, die die gleiche Wegstrecke  $x$  passiert haben, nicht zwangsläufig den gleichen Energieverlust  $U$  erhalten haben. Die obigen Energieverlustfunktionen machen also lediglich eine Aussage über den mittleren Energieverlust  $\Delta E_m$  nach der Wegstrecke  $x$ . Diese Näherung führt zu falschen Ergebnissen der MC Simulation, was sehr eindrucksvoll anhand von Spektren von Elektronen, die eine dünne Probe der Dicke  $t$  passiert haben (Abb. 2.7) gezeigt werden kann. In der Simulation haben die transmittierten Elektronen in jedem Fall einen Energieverlust größer als  $\frac{dE_m}{ds} \cdot t$ , wenn in der MC Simulation die Energieverlustfunktion

(2.12) oder (2.15) verwendet wird. Derartige Spektren werden jedoch nicht gemessen, da eine endliche Wahrscheinlichkeit dafür bleibt, daß Elektronen eine Wegstrecke  $x$  gänzlich ohne Energieverlust passieren. Zum Vergleich ist in Abb. 2.7 ein gemessenes Transmissionsspektrum wiedergegeben (aus Kap. 4.5). Dieser Effekt wurde schon von [Berger 1963 und Shimizu 1975] an Transmissionsspektren beobachtet. Neuere MC Simulationen von S. Zaitsev zeigen, daß sich der Übergang von kontinuierlichen zu statistisch verteilten Energieverlusten auch auf Rückstreuenspektren auswirkt, Abb. 2.8.

Diese Unzulänglichkeit der Näherung kontinuierlicher Energieverluste (CSDA) kann behoben werden, wenn die statistische Fluktuation des Energieverlustes des Elektrons um den mittleren Energieverlust  $\Delta E_m$  berücksichtigt wird (Straggling). In der Theorie von [Landau 1944] wird anhand einer Diffusionsgleichung die Wahrscheinlichkeit  $W_r(U)dU$  (Elektron hat nach dem Passieren der Wegstrecke  $x$  eine Energie zwischen  $U$  und  $U+dU$  verloren) berechnet, wobei die Energieverlustfunktion nach Bethe (2.12) verwendet wird. Im folgenden soll die



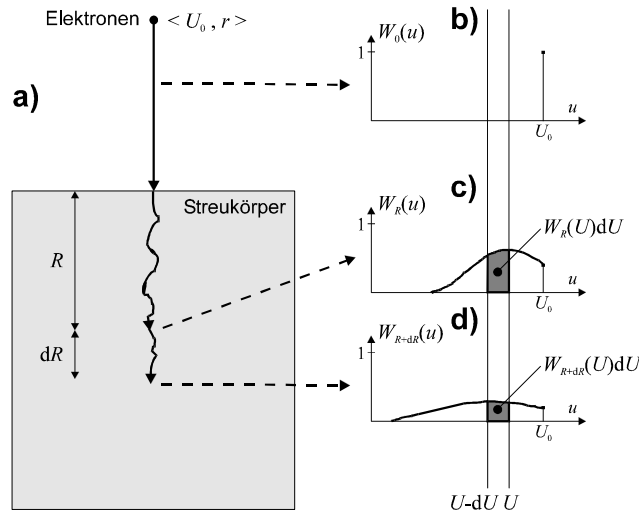
**Abb. 2.7 + 2.8:** Einfluß der Energieverlustfluktuation („statistische Verluste“) auf Monte-Carlo-Simulationen und Vergleich mit gemessenen Spektren dieser Arbeit an einem 43 nm Goldfilm

verwendete Diffusionsgleichung [Reimer 1998, Birkhoff 1958] erläutert werden, um zu erkennen, wie Energieverlustfluktuationen und differentieller Streuquerschnitt berücksichtigt werden.

Die auf den Streukörper fallenden Elektronen sind durch ihren Ort  $r$  und ihre Energieverteilung  $W_r(u)$  charakterisiert (Abb. 2.9a). Diese Energieverteilung sei auf 1 normiert, so daß sie die Wahrscheinlichkeit angibt, ein Elektron mit der Energie  $u$  am Ort  $r$  zu finden. Außerhalb des Streukörpers haben alle Elektronen die Startenergie  $eU_0$ , wie aus Abb. 2.9b zu ersehen ist. Eine gewisse Anzahl von Elektronen kann im Streukörper den Weg  $R$  zurücklegen (Vernachlässigung der Winkelverteilung der Streuung), ihre Energieverteilung ist nun  $W_R(u)$  (Abb. 2.9c) und ihre Anzahl  $N(R)$  ergibt sich aus der Integration

$$N(R) = N_0 \int_0^\infty W_R(u) du \quad (2.17)$$

mit  $N_0$  einfallenden Elektronen. Die Zahl der Elektronen im Energieintervall  $(U, U+dU)$  beträgt nun  $N_0 W_R(U) dU$  und wird durch die schraffierte Fläche in Abb. 2.9c repräsentiert. Die gesuchte Diffusionsgleichung erhält man nun aus der Betrachtung der Ortsableitung  $\partial/\partial r$  der Energieverteilung  $W_R(U)$ . Ausgehend vom Ort  $R$  gehen wir um die Wegstrecke  $dR$  weiter in den Streukörper (Abb. 2.9a). Am Ort  $R + dR$  besteht die Energieverteilung  $W_{R+dR}(U)$  (s. Abb. 2.9d) und die schraffierte Fläche in Abb. 2.9d repräsentiert wiederum die Zahl der Elektronen im Energieintervall  $(U, U+dU)$ . Nun interessiert die Entwicklung der Zahl der Elektronen in diesem Energieintervall mit dem Ort  $r$ , also z. B. der Übergang von der schraffierten Fläche in Abb. 2.9c zur entsprechenden Fläche in Abb. 2.9d.



**Abb. 2.9:** Veranschaulichung der Diffusionsgleichung in der Theorie von Landau

Einerseits können Elektronen, die am Ort  $R$  noch die Energie  $u$  mit  $U < u < U_0$  hatten, durch Streuung die Energie  $K$  verloren haben, so daß sie am Ort  $R + dR$  die Energie  $u$  mit  $U - dU < u < U$  besitzen. Konkurrierend zu diesem Effekt können jedoch Elektronen, die am Ort  $R$  die Energie  $U - dU < u < U$  hatten, die Energie  $K$  verlieren und werden aus dem Intervall  $(U - dU, U)$  herausgestreut, so daß sie am Ort  $R + dR$  eine Energie  $u < U - dU$  besitzen. Der Verlust der Energie  $K$  wird dabei durch den differentiellen Streuquerschnitt  $\phi(K) = N \frac{d\sigma}{dK}$  beschrieben. Damit ergibt sich die folgende Diffusionsgleichung:

$$\frac{\partial W_r(U)dU}{\partial r} = \int_{K_{\min}}^{K_{\max}} [W_r(U+K) - W_r(U)] \phi(K) dK \quad (2.18)$$

(mit  $K_{\max} \ll dU$ ). Der Term  $W_r(U+K)dU$  beschreibt die Elektronen, die das Intervall  $(U - dU, U)$  gewinnt, und der Term  $W_r(U)dU$  beschreibt den Verlust. Diese Diffusionsgleichung ist als "Landau-Theorie" in die Literatur eingegangen [Reimer 1998]. Die Lösung dieser Diffusionsgleichung für  $W_r(U)$  ist in [Landau 1944] ausführlich beschrieben. Mit dem dimensionslosen Parameter  $\lambda$

$$\lambda = \frac{mv^2}{2\pi^4 N_A Z} \frac{U - \Delta E_m}{r} + \ln \left( \frac{mv^2 E_0}{2\pi^4 N_A Z} \right) - 1,116 \quad (2.19)$$

(mit der Avogadrokonstanten  $N_A$ , der Elektronengeschwindigkeit  $v$ , dem mittleren Energieverlust  $\Delta E_m$ , der Anfangsenergie  $E_0$  und dem Energieverlust  $U$  nach dem Weg  $r$ ) ergibt sich die Verteilungsfunktion  $W_r(U) = \phi(\lambda)$  der Energieverluste  $U$  (Abb. 2.10):

$$\phi(\lambda) = \frac{1}{2\pi i} \int_{-i\infty+c}^{i\infty+c} \exp(x \ln x + \lambda x) dx. \quad (2.20)$$

Dabei wird der klassisch berechnete Wirkungsquerschnitt

$$\phi(K) dK = \frac{2\pi e^4}{(4\pi\epsilon_0)^2} \frac{1}{E} \frac{dK}{K^2} \quad (2.21)$$

für Elektron-Elektron-Stöße unter Vernachlässigung der Bindungsenergie der Atomelektronen verwendet.

Der wahrscheinlichste Energieverlust nach der Theorie von Landau stimmt gut mit experimentellen Werten überein [Reimer 1998], während die Halbwertsbreite der Energieverlustfunktion schmaler ist als die von experimentellen Spektren.

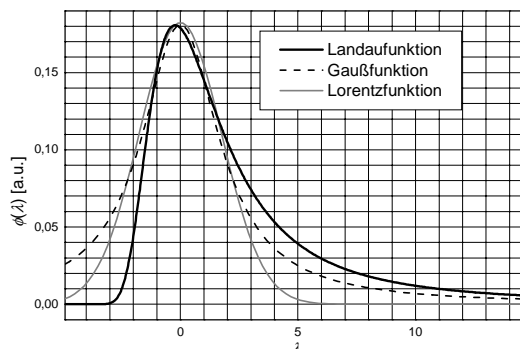


In der Literatur gibt es zahlreiche Versuche, diese Schwierigkeiten zu beheben [Thümmel 1974], jedoch haben diese noch keinen Eingang in MC Simulationen gefunden, so daß sie hier nicht beschrieben werden.

Die oben beschriebene Landau-Theorie ist bereits erfolgreich in MC Simulationen eingesetzt worden. [Berger 1963] verwendet die Theorie in der obigen Darstellung, jedoch wird kein Vergleich mit Messungen angestellt.

[Reimer 1992] nutzt eine modifizierte Landau-Theorie, bei der der allgemeine Streuquerschnitt nach Gl. (2.18) durch Messungen der Elektronenstreuung an dünnen Schichten ersetzt wird. Diese MC Simulation ist dann allerdings auch nur für dieses Material anwendbar.

In der Literatur werden darüberhinaus weitere Versuche, Energieverlustfluktuationen zu berücksichtigen, beschrieben: [McDonald 1971] ersetzt die Funktion  $W_r(u)$  durch eine Gaußfunktion mit dem Ergebnis, daß nicht nur Energieverluste, sondern auch Energiezunahmen möglich sind. [Shimizu 1975] ersetzt daher die Funktion  $W_r(u)$  durch einen Logarithmus einer Zufallszahl zwischen 0 und 1, die zu Energieverlusten  $\Delta E$  zwischen 0 und  $-\infty$  führen, jedoch gibt es keinen physikalischen Grund für die Verwendung der Logarithmusfunktion. Ferner ist die Simulation nicht in der Lage, Winkelverteilungen zu simulieren.



**Abb. 2.10:** Energieverlustfluktuation (Landaufunktion) des dimensionslosen Parameters  $\lambda$ , Gauß- und Lorentzfunktion mit derselben Halbwertsbreite zum Vergleich

### 2.2.6 MC Simulation nach S. Zaitsev

Im Rahmen dieser Arbeit bestanden eine DAAD- und eine DFG-geförderte Kooperation mit S. Zaitsev (s. Anhang D) mit dem Ziel der Optimierung von MC Simulationen der Elektronenstreuung. Die von S. Zaitsev implementierte Simulation basiert auf einer früheren Implementierung von L. Reimer [Reimer 1986], die in dieser Form noch verwendet wird [Reimer: Mocasim]. Die Weiterentwicklung umfaßt einerseits programmiertechnische Optimierungen zur Erhöhung der Rechengenauigkeit und -geschwindigkeit (u.a. feiner aufgelöste Spektren und Winkelverteilungen) und andererseits Verbesserungen des verwendeten physikalischen Modells. Insbesondere wurden die kontinuierlichen Energieverluste nach Bethe durch statistische Energieverlustfluktuationen nach Landau ersetzt. Im Rahmen der Kooperation wurden die Ergebnisse der Simulation mit den im Rahmen dieser Arbeit gemessenen Spektren und Winkelverteilungen zum Zweck ihrer Optimierung verglichen.

#### Verbesserungen der MC Simulation:

- Einfügen von Energieverlustfluktuationen mit der Wahrscheinlichkeitsverteilung entsprechend der Landaufunktion (2.20) um einen mittleren Energieverlust nach der Betheformel. Dabei wird wieder die Betheformel kontinuierlicher Energieverluste (2.12) ohne diskrete Verlustanteile nach Gl. (2.16) verwendet. [Reimer 1986] beinhaltet das Hybridmodell (s. Tab. 2.1)
- Erweiterung auf die Simulation sehr dünner Schichten:
  - 1) Die Auflösung der Tabellen der gespeicherten Streuquerschnitte und Energieverlustfunktionen wurde deutlich erhöht, nachdem es zuvor Probleme bei der Simulation sehr dünner Schichten mit einer Dicke in der Größenordnung der vorherigen Auflösung gab.
  - 2) Das letzte Wegsegment darf nicht länger als die verbleibende Tiefe im Material sein; dieser Fehler macht sich bei dünnen Schichten deutlicher bemerkbar.
- Erweiterung auf die Simulation von Winkelverteilungen:
  - 1) Es werden nicht mehr nur die Energie, sondern auch die Austrittswinkel der Elektronen gespeichert.
  - 2) Simulierte Winkelverteilungen zeigten Unstetigkeitsstellen bei dem Streuwinkel  $10^\circ$ , da die alte Simulation für kleine Streuwinkel noch nach dem „multiple scattering model“ (s. Kap. 2.2.1 und Anmerkung 3 in Kap. 2.2.3) arbeitet. Diese Kleinwinkelstreuung fluktuiert nun auch statistisch, so daß die Winkelverteilung stetig ist.

#### Physikalische Modelle der verbesserten MC Simulation

Die elastische Streuung wird mittels des differentiellen Mott-Streuquerschnitts, der für Winkel von  $10^\circ$ - $180^\circ$  analog zu [Reimer 1986] in einer Tabelle gespeichert ist, betrachtet. Streuwinkel kleiner  $10^\circ$  werden statistisch (Gaußfunktion) mit einer cos-Funktion gewichtet gestreut. Der totale Mott-Streuquerschnitt zur Berechnung des (statistisch verteilten) freien Weges zum nächsten Streuprozess wird ebenfalls aus einer Tabelle entnommen, wobei kontrolliert wird, daß dieser Weg nicht größer ist als die verbleibende Tiefe im Streumedium.

Die Energieverluste werden zunächst durch einen mittleren Energieverlust, erhalten aus dem zuletzt zurückgelegten Weg und der Bethefunktion mit Erweiterung (2.15), und einer statistischen Fluktuation um diesen Mittelwert mit Hilfe der Landaufunktion (2.20) bestimmt. Es gibt keine diskreten Energieverluste anhand unelastischer Streuquerschnitte.

Eine ausführliche Beschreibung der Monte-Carlo-Simulation von S. Zaitsev und der möglichen Aussagen mit diesem Programm sind Gegenstand einer geplanten Veröffentlichung.

Autor/en	Elast. Str. quers. Ruthenford	Energieverluste				mögliche / veröffentlichte Aussagen	angegebene Grenzen und Anmerkungen
		CSDA/Bethe	CSDA+LEE	Diskret	G/P/Q/S/M/GOS	Fluktuationen L/n/Me	
[Andrae 1996]	s	x					Form der BSE-Spektren, v.a. im elast. Bereich
[Berger 1963]	f	x				L	Mäßige Auflösung, kleine Zahl von Trajektorien
[Börner 1990]	s		R				Grenzen der Simulation für schwere Materialien und kleine Energien
[Browning 1991, 1995]	f		R				
[Czyzewski 1990]	t		J				kein Vergleich mit Messungen wegen deren Ungenauigkeit
[Ding 1990-1996]	t		R	G P			
[Drouin 1994]	f		J				Fortsetzung von [Gauvin 1993]: nun auch Streuwinkel aus dem Mott-Streuquerschnitt
[Gauvin 1993]	s f		J			BSE-Rate für versch. Mat. u. Energien	ungenau für Energien kleiner 15 keV, da Streuwinkel aus Rutherford bestimmt
[Gueorguiev 1996]	s		R			Energiedeposition	ungeeignet für Spektren
[CASINO 1997]	t		EELS			BSE-Rate für versch. Mat. u. Energien	kein Vergleich mit Experimenten
[Howell 1998b]	s f	x				BSE-Rate für versch. Legierungen	
[Ichimura 1988]	t	x		G / GOS		BSE-Rate und -Spektren Cu	Spektren nur für Energieverluste aus optischen Daten statt G zutreffend
[Kotera 1981]	s t		R			BSE-, TSE-Rate für versch. Mat., Energien und Schichtdicken, Reichweite	
[Kuhr 1998]	t			GOS		SE-, BSE-, TSE-Raten, -Spektren, - Winkelverteilungen für versch. Mat., Energien, Reichweite, Energietransfer	Größen (z.B. Reichweite), die stark von unel. Streuung abhängen, stimmen z.T. nicht, da Streuquerschnitte nicht hinreichend bekannt
[Liljequist 1985]	s			GOS		TSE-Spektren	geringe Auflösung der Spektren
[Ly 1992, 1995]	s	x	J			BSE-Rate Schichtsysteme, strukturierte Proben	

[Murata 1974]	s	x				BSE-Austrittstiefen und -orte, TSE-Rate für Al, Au für versch. Schichtdicken	für Gold sowie kleine Energien ungeeignet
[Murata 1995]		x	J	G	V	TSE-Spektren für Al, Cu	begrenzte Übereinstimmung mit Exp.
[Reimer 1968]	u	x			M	BSE- und TSE-Streuratensätze für versch. Energien	keine differenziellen Streuratensätze möglich
[Reimer 1986, Mocasin]		t	R	G		Materialien, Schichtdicken, Einfallswinkel	geringe Auflösung bei Spektren und Winkelverteilungen
[Reimer 1992]		t				ditto + Spektren und Winkelverteilungen	
[Rosenberg 1999]		t	R			BSE- und TSE-Spektren	
[Shimizu 1972]	s	x				BSE-Rate für versch. Detektionswinkel	kein Vergleich mit Exp.
[Shimizu 1975]	s	x				BSE-Winkelverteilung und -Spektren für versch. Einfallswinkel, Materialien	nur BSE
[Shimizu 1976, 1983]	s				In	TSE-Spektren von Al	Spektren z.T. deutlich zu höheren Energieverlusten verschoben
[Yasuda 1995]		t		G	S	TSE-Rate, TSE-Winkelverteilung für Al für versch. Schichtdicken	TSE-Spektren leicht zu kleineren Energieverlusten verschoben, nur Al
[Zaitsev 1999a]		t	J	V	M	Austrittsverteilung der BSE	
		t	R			BSE- und TSE- Winkelverteilung und Spektren	

**Tab. 2.1:** Auswahl bekannter Monte-Carlo-Simulationen der Elektronenstreuung im keV-Bereich. Die Abkürzungen lauten: **u**=unscreened und **s**=screened Rutherford-Streuquerschnitt; **f**=Mott-Streuquerschnitt über eine Fitfunktion (z.T. auch Fitfunktion multipliziert mit Rutherford-Streuquerschnitt) berechnet; **t**=Mott-Streuquerschnitt tabelliert; **CSDA**=„continuous slowing down approximation“ Gl. (2.12); **LEE**=„low energy extension“; **R**=nach [Rao-Sahib 1974] Gl. (2.14), **J**=nach [Joy 1989] Gl. (2.15), **EELS**=aus EELS-Messungen; **G**=Gryzinski-Potential bzw. **V**=Viens-Potential der Inner-Schalen-Anregung; **Q**=Quinn-Potential der Plasmonenanregung; **S**=Streitwolfpotential der Valenzelektronenanregung; **M**=Möller-Freies-Elektronengas-Modell; **GOS**=„Generalized oscillator strength“ und **P**=Penn-Funktion: Energieverluste aus optischen Daten; **L**=Landautheorie Gl. (2.16-2.21); **Me**=Energieverlustfluktuation aus Messungen; **In**=natürlicher Logarithmus als Energieverlustverteilungsfunktion; **BSE**=Rückstreuungselektronen; **BSE-Rate**=Gesamtstreuungselektronen; **TSE**=Transmissionselektronen (=durch dünne Schicht transmittierte Elektronen)

**Fazit:** Die Simulation von Streuratensätzen (BSE und TSE) ist mit einfachen und leicht programmierbaren physikalischen Modellen möglich. Erst bei kleinen Energien sind differenzierte unelastische Streuquerschnitte erforderlich. Für die Simulation von Winkelverteilungen ist der elastische Mott-Streuquerschnitt zwingend notwendig. Sollen Winkelverteilungen oder Spektren transmittierter, gestreuter Elektronen simuliert werden, ist die Berücksichtigung von Energieverlustfluktuationen unerlässlich.

## Kapitel 3

### Experimenteller Aufbau

In dieser Arbeit sollen die Energie- und Winkelverteilungen der an Metallschichten gestreuten Elektronen gemessen werden. Die Winkelverteilungen können an einer bestehenden Elektronenstreuapparat [Wittich 1995], aufgenommen werden, die in Kap. 3.1 kurz beschrieben wird. Diese Apparatur bietet den Vorteil, daß ein Detektor im gesamten Raum um die zu untersuchende Probe positioniert werden kann. Die Probe kann zusätzlich gedreht und horizontal verkippt werden. Beim Test dieser Apparatur waren Artefakte festgestellt worden, die nun behoben werden konnten, Kap. 3.2. In diesem Kapitel sind auch alle weiteren Umbauten an der Apparatur dargestellt.

Zur Aufnahme von Energieverteilungen wurden zwei Spektrometertypen verwendet:

1) Beim ersten Typ handelt es sich um ein kommerzielles elektrostatisches Spektrometer mit Kugelsymmetrie (Kap. 3.3.1), das so kompakt ist, daß es in die gerade erwähnte Streuapparat eingesetzt werden kann. Daher sind gleichzeitig energie- und winkelaufgelöste Messungen der Elektronenstreuung möglich (s. Kap. 4.5). Für den Betrieb des Spektrometers mußten die gesamte Ansteuerelektronik und das Detektorsystem aufgebaut und getestet werden (Kap. 3.3.2). Hervorzuheben sind hierbei die Pulszählelektronik in Zusammenhang mit einer Si-Lawinendiode und die Untersuchung der Anforderungen an die Stabilität der Ablenkhochspannung. Energie- und winkelselektive Messungen der Elektronenstreuung sind stets mit einer enormen Zahl von Meßwerten verbunden, für deren Aufnahme Computer sinnvoll verwendet werden können. In Kapitel 3.3.3 ist das dafür erforderliche Meßwerterfassungsprogramm beschrieben. Es ist in der modernen Programmiersprache C++ geschrieben, um eine echte Windowsanwendung für alle Betriebssysteme zu erlangen.

Für die elektronenoptische Charakterisierung des Spektrometers (Kap. 3.4) werden die Antwortfunktionen von Elektronendetektor und sphärischen Ablenkelektroden getrennt betrachtet. Die Antwortfunktion der sphärischen Ablenkelektroden wird aus Messungen erhalten, bei denen ein monochromatischer Strahl direkt in das Spektrometer geleitet wird. Dazu mußte ein separater Meßplatz aufgebaut werden.

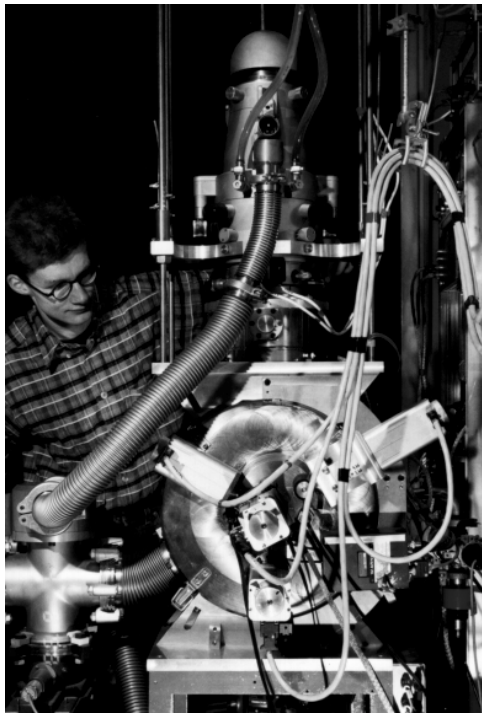
2) Beim zweiten Spektrometertyp (Kap. 3.5) handelt es sich um ein elektrostatisches Spektrometer mit toroidaler Symmetrie nach E. I. Rau [Aristov 1995], das im Rahmen dieser Arbeit entworfen und in Zusammenarbeit mit F. Schlichting konstruktiv umgesetzt und charakterisiert wurde. Dieses Spektrometer ist für den Einsatz neuer Abbildungsmodi (s. Kap. 4.4.1) im kommerziellen REM optimiert, kann jedoch auch für die Elektronenspektroskopie verwendet werden (s. Kap. 4.4.2). Von diesem sogenannten Rau-Spektrometer stand neben dem hier entworfenen („Berliner Rau-Spektrometer“) ferner eine Ausführung zur Verfügung, die von Prof. Rau in Moskau hergestellt wurde („Moskauer Rau-Spektrometer“). In Kapitel 3.5.1 werden beide Ausführungen gegenübergestellt, wobei eine kurze Darstellung genügt,

da beide hinreichend veröffentlicht sind (s.u.). Auch diese Spektrometer wurden analog zum sphärischen Spektrometer (s.o.) charakterisiert (Kap. 3.5.2-4).

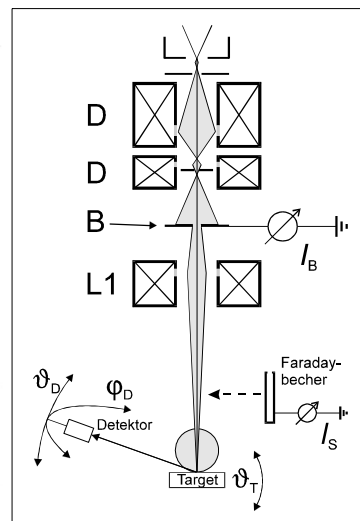
Kapitel 3.6 schließlich beschreibt die Präparation der untersuchten massiven Proben sowie der dünnen freitragenden Metallfilme und vergleicht verschiedene Schichtdickenmeßmethoden für den Bereich 10 nm bis 1000 nm. Dabei werden auch ein in [Schlichting 2000] kalibriertes Verfahren mit dem neu entworfenen Rau-Spektrometer (Kap. 3.5) und die letztendlich verwendete Schwingquarzmethode nach [Sauerbrey 1959] betrachtet.

### 3.1 Streuapparat zur Aufnahme von Winkelverteilungen

Die Streuapparat [Wittich 1995] besteht aus einem kommerziellen Strahlkopf (Siemens Elmiskop 1A) mit Doppelkondensor, der auf ein großes Wechselwirkungsbauteil aufgesetzt ist (s. Außenansicht in Abb. 3.1). Der Strahlkopf wird an einem Netzgerät (Bertan EB-30A)



**Abb. 3.1:** Außenansicht der Apparatur; in der runden Trommel befindet sich das Wechselwirkungsbauteil, mit dem Probe und Detektor positioniert werden



**Abb. 3.2:** Schematische Darstellung der Apparatur

D : Doppelkondensor  
B : Strahlstromblende  
L1 : Zwischenlinse  
 $\vartheta_T$  : Einfallswinkel  
 $\vartheta_D$  : polarer Detektorwinkel  
 $\varphi_D$  : azimutaler Detektorwinkel

betrieben, das sowohl die Kathodenheizung als auch die Wehneltspannung und die Beschleunigungshochspannung mit einer hohen Stabilität ( $10^{-4}$  in 8 Stunden) erzeugt.

Vor der zylinderförmigen Vakuumkammer, in der sich das Wechselwirkungsbauteil befindet, sind die Schrittmotoren für die Bewegungen von Detektor und Probe angebracht. Links von der Wechselwirkungskammer ist ein großes Kreuzstück-Vakuumbauteil zu sehen, an dem sich links eine Turbomolekularpumpe (330 l/s) mit zweistufiger Drehschieberpumpe befindet. Unterhalb des Kreuzstückes befindet sich eine Ionengetterpumpe (120 l/s), durch die sich bei abgeschalteter Turbomolekularpumpe ein absolut erschütterungsfreier Aufbau ergibt. Üblicherweise ist nach 30 Minuten ein Druck kleiner 1 mPa erreicht; der Enddruck und bevorzugte Arbeitsdruck von 0,1 mPa wird nach ca. 1 Tag erlangt.

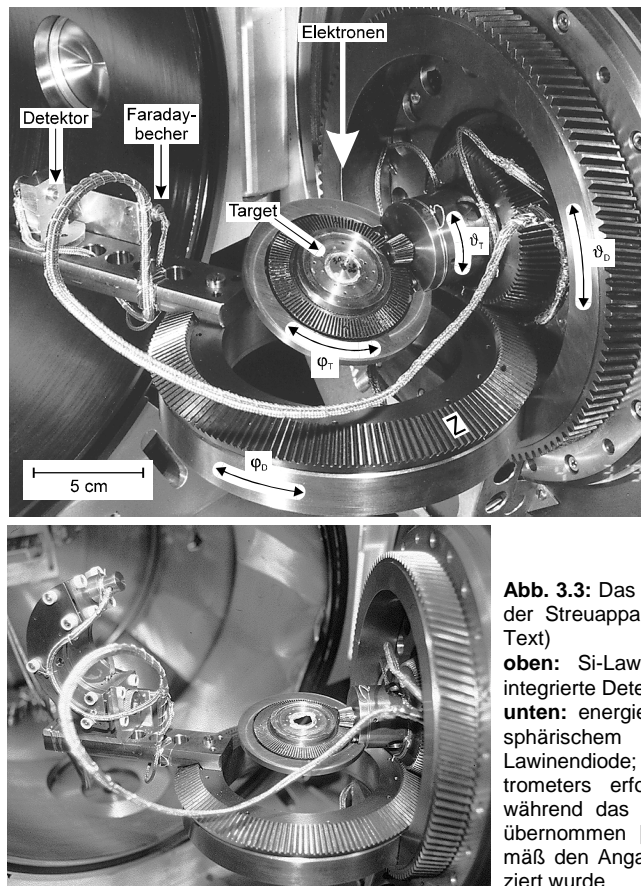
Abb. 3.2 zeigt die Elektronenoptik. Mit dem Doppelkondensor D wird die Strahldivergenz derart eingestellt, daß die Strahlstromblende B voll ausgeleuchtet wird. In der Ebene der Strahlstromblende befindet sich gleichzeitig der Mittelpunkt der Verkippung der Elektronenstrahler-Kondensor-Einheit. An der Strahlstromblende (Durchmesser 100  $\mu\text{m}$ ) fällt ein Teil des Strahlstroms ab. Dieser Teil wird bei allen Messungen mit aufgezeichnet und kann zum späteren Herausrechnen der Strahlstromschwankungen verwendet werden.

### Elektronenoptik

Der vor der Strahlstromblende erzeugte Strahlfokus wird durch eine weitere Linse L1 in die Targetebene abgebildet. Dort hat der Strahl einen Durchmesser von 60 bis 100  $\mu\text{m}$ , der gemessen wird, indem anstelle des Targets ein Kupfernetzchen bekannter Größe eingesetzt wird, das über Linsen, die sich in einer Strahlröhre unterhalb der Wechselwirkungskammer [Wittich 1995] befinden, auf einem Leuchtschirm abgebildet wird. Mit der nun installierten Videokamera (s. Kap. 3.2) kann das Bild des Leuchtschirms auch festgehalten werden (s. Abb. 3.5). Alle Linsen, auch die des Kondensors, werden mit sehr stabilen Stromversorgungen (NGK 280 der Firma Rohde & Schwarz) betrieben ( $\Delta I / I < 10^{-5}$ ).

### Wechselwirkungsbauteil

Das Wechselwirkungsbauteil (Abb. 3.3) gestattet, das Target zu rotieren ( $\varphi_T$ ) und gegenüber dem in Abb. 3.3 von oben einfallenden Elektronenstrahl zu verkippeln ( $\vartheta_T$ ). Der Detektor sitzt am Ende des Detektorarms in 149 mm Entfernung zum Dreh- und Verkippungspunkt des Targets. Über die Drehung ( $\varphi_D$ ) und über die Verkippung ( $\vartheta_D$ ) des Zahnrades Z läßt sich der Detektor an alle relevanten Positionen im oberen und unteren Halbraum des Targets positionieren. Alle dabei mechanisch nicht erreichbaren Positionen der vollständigen Winkelverteilung lassen sich durch Symmetrieüberlegungen ermitteln, siehe hierzu die ausführliche Darstellung in [Wittich 1995]. Die vier Target- und Detektorbewegungen werden durch computergesteuerte Schrittmotoren angetrieben, wobei sich in Abhängigkeit von den auftretenden Übersetzungen Winkelauflösungen zwischen 40 und 100  $\mu\text{rad}$  ergeben.



**Abb. 3.3:** Das Wechselwirkungsbauteil der Streuapparatur (Erläuterungen im Text)

**oben:** Si-Lawinendiode für energieintegrierte Detektion

**unten:** energieselektive Detektion mit sphärischem Spektrometer und Si-Lawinendiode; der Einbau des Spektrometers erfolgte in dieser Arbeit, während das Wechselwirkungsbauteil übernommen [Wittich 1995] und gemäß den Angaben in Kap. 3.2 modifiziert wurde

### Detektor

Als Detektor dient eine schnelle Si-Lawinendiode (C30921E), deren Gehäuse geöffnet wird, um den Elektronenstrahl direkt auf den Halbleiter leiten zu können. Durch die einfallenden Elektronen werden im pn-Übergang Elektron-Loch-Paare erzeugt, und diese Ladungsträger werden in dem hohen Feld der Lawinendiode ( $10^7$  V/mm) so stark beschleunigt, daß durch Stoßionisation neue Elektron-Loch-Paare erzeugt werden. Anstiegs- und Abfallzeit dieser Lawine betragen jeweils ca. 0,5 ns (siehe Datenblatt im Anhang A), so daß unter Berücksichtigung der statistischen Folge einfallender Elektronen Lawinenfolgen von mindestens 1 MHz möglich sind. Die Höhe der Lawinen, d. h. die Zahl der erzeugten Ladungsträger, hängt von der Energie des einfallenden Elektrons ab. Damit könnte die Lawinendiode auch zur Aufnahme von Energiespektren verwendet werden, wovon jedoch in dieser Arbeit kein Ge-



brauch gemacht wird, da die Energieauflösung auf 10% [Hylla 1986] beschränkt ist. Das hohe Feld im pn-Übergang wird durch eine äußere Vorspannung von ca. -200 bis -250 V ermöglicht, die so eingestellt wird, daß sich ein Dunkelstromrauschen von 1 Puls pro Sekunde ergibt. Die Vorspannung wird durch eine Gleichstromquelle (NGK 280 der Firma Rohde & Schwarz) mit hoher Stabilität ( $\Delta U/U < 10^{-5}$ ) erzeugt.

### Meßelektronik

Die Lawinen der Diode werden über einen ladungsempfindlichen Vorverstärker (Ortec 109A) mit einer Empfindlichkeit von 3,3 V/pC und einen Hauptverstärker (Ortec 485) so verstärkt, daß Pulse mit einer Höhe von bis zu 10 V herauskommen. Die genaue Pulshöhe ist nicht von Interesse, da in der nachfolgenden Pulszählelektronik nur die Anzahl der Pulse nicht jedoch deren Höhe detektiert wird. Die Pulszählelektronik unterdrückt das Rauschen mittels eines Diskriminators (Ortec 550A), dessen untere Schwelle je nach verwendeter Diode auf ca. 300 mV eingestellt ist. Die Vorteile der Pulszählung gegenüber der konventionellen analogen Detektion ist in der Literatur hinreichend beschrieben [Hamamatsu 1996, Uchikawa 1992, Berger 1999c].

Bei der Aufnahme von Winkelverteilungen der Elektronenstreuung werden die Pulse mit einer Puls-Channel-Analyser Einschubkarte der Firma Nucleus [Wittich 1995] im Puls-Height-Analyser-Modus detektiert. Bei der Aufnahme der Energieverteilungen (s. Kap. 3.3.2) wird das Analogausgangssignal des Ratemeters (Ortec 661) über einen AD-Wandler vom Meßrechner eingelesen.

Diese Meßelektroniken sind jeweils erheblich langsamer als die Lawinendiode, so daß oberhalb einer Pulsrate von 50 kcps (cps = counts per second) eine Pile-Up Korrektur erforderlich ist [Wittich 1995]. Diese wird in dieser Arbeit jedoch stets umgangen, indem der Elektronenstrom, der den Detektor trifft, auf 40 kcps beschränkt wird.

### Strahlstrommessung

Am Arm, der den Detektor trägt, ist ein Faradaybecher befestigt (Abb. 3.3), der aus einem 5 cm langen Messingröhrchen mit einer Eintrittsblende von 2 mm besteht. Der Faradaybecher kann direkt in den Primärelektronenstrahl geschwenkt werden, und dessen Strahlstrom kann dann mit einem Pikoamperemeter (Keithley 617) gemessen werden. Der Strahlstrom beträgt bei der Aufnahme von Winkelverteilungen typischerweise 100 nA und bei Energieverteilungen mehrere 100 nA.

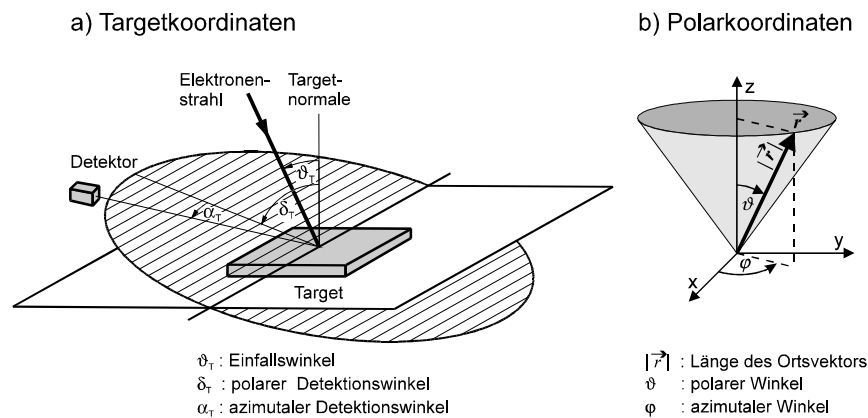
### Meß-, Target- und Polarkoordinatensysteme

Wie aus den obigen Erläuterungen hervorgeht, ist im Experiment die Richtung des einfallenden Strahls fest und die Neigungen von Target und Detektor werden bezüglich dieser Achse gemessen (=Meßkoordinatensystem). In [Wittich 1995] werden diese Winkel jedoch auf ein auf die Normale des Targets bezogenes (Target-) Koordinatensystem transformiert, was hier

aus Gründen der Vergleichbarkeit für die Winkelverteilungen übernommen wird. Die Definition dieser Winkel ist aus Abb. 3.4 a) zu ersehen. Der Winkel  $\vartheta_T$  ist immer positiv und der Winkel  $\delta_T$  ist positiv, wenn er in dieselbe Richtung wie  $\vartheta_T$  zeigt.

Dieses Koordinatensystem lehnt sich eng an den Versuchsablauf an: Zuerst wird ein polarer Neigungswinkel  $\delta_T$  (auch „polarer take-off Winkel“) der Detektor-Drehebene eingestellt und dann wird der Detektor in dieser Ebene mit dem azimutalen Winkel  $\alpha_T$  gedreht. Dieses Verfahren wird für verschiedene polare Winkel  $\delta_T$  wiederholt. Somit entstehen verschiedene „Azimutalscans“ zu den verschiedenen  $\delta_T$ .

Für analytische Modelle und Monte-Carlo-Simulationen (s. Kap. 2 und 4) hingegen wird oft ein (echtes) Polarkoordinatensystem verwendet, das sich erheblich von dem Targetkoordinatensystem unterscheidet, Abb. 3.4 b). Hier liegt der als „azimutal“ bezeichnete Winkel in der x-y-Ebene (Targetebene) und nicht in der geneigten Drehebene des Detektors. Die Umrechnung zwischen beiden ist in [Wittich 1995] dargestellt.



**Abb. 3.4:** Die Winkelverteilungen werden in dieser Arbeit im Targetkoordinatensystem **a)** dargestellt, während Modelle und Simulationen oft auch im Polarkoordinatensystem **b)** arbeiten

## 3.2 Modifikationen an der Streuapparatur

### 3.2.1 Vakuumsystem

Das bestehende Vakuumsystem wurde durch eine Drehschieberpumpe mit hoher Förderleistung (trivac S30A der Firma Leybold-Heraeus) ergänzt, die über ein hochvakuumtaugliches Ventil direkt an die Wechselwirkungskammer angeflanscht wurde. Dadurch beträgt die Abpumpzeit bis zu einem Druck, bei dem der Betrieb der Anlage für Justierzwecke möglich ist

(< 10 mPa), weniger als 5 Minuten. Insbesondere bei den dünnen, freitragenden Proben muß die Apparatur immer wieder geöffnet werden, um die Probe in der Ebene senkrecht zum Elektronenstrahl zu verschieben - diese Bewegungsmöglichkeit bietet das Wechselwirkungsbauteil nicht. Die Verschiebung der dünnen Proben ist notwendig, da diese herstellungsbedingt zum Teil Risse und Löcher aufweisen, der Strahl jedoch durch eine unbeschädigte Probenstelle gehen soll.

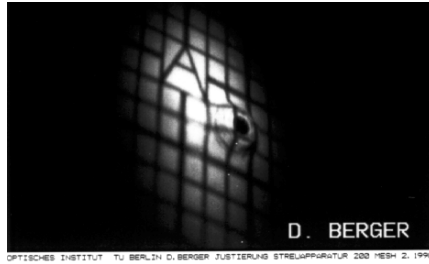
### 3.2.2 Rutschkupplungen

Der Detektor und das Target werden durch Schrittmotoren mit einer Übersetzung von bis zu 1:400 bewegt. Bei Störungen, z. B. der Überwachungslichtschranken, konnten schwere Schäden an den Meßleitungen und den Zahnrädern entstehen. Besonders häufig trat dieser Effekt bei der azimutalen Bewegung des Detektors, die gleichzeitig am häufigsten in Anspruch genommen wird, auf. Zur Entschärfung der Situation wurde vor dem zugehörigen Schrittmotor eine Lamellenrutschkupplung (Mädler 610 429) mit einem einstellbaren Drehmoment zwischen 7,8 Ncm und 132,4 Ncm, eingefügt. Das Drehmoment wird so eingestellt, daß selbst schwere Lasten (z. B. Spektrometer) schlupffrei transportiert werden.

Gleichzeitig wurden die außerhalb der Apparatur sitzenden Kegelzahnräder mit Palloid-Spiralverzahnung durch solche mit gerader Verzahnung (Mädler 360 526, zulässiges Drehmoment 130 Ncm) ersetzt, die ein geringeres Gewindespiel haben. Die zuvor verwendeten Lagerbuchsen aus Bronze [Wittich 1995] haben sich aufgrund der starken Abnutzung nicht bewährt und wurden soweit möglich durch kräftige Kegelrollenlager (FAG 32006X) und Zylinderrollenlager (FAG NU204E.TVP2) ersetzt.

### 3.2.3 Videokamera

Zu Justierzwecken kann die Streuapparatur als Transmissionselektronenmikroskop betrieben werden. Dann wird z. B. ein Kupfernetzchen im Targethalter auf einen Leuchtschirm unterhalb des Wechselwirkungsbauteils abgebildet und der Strahl kann auf das Drehzentrum des Wechselwirkungsbauteils justiert werden. Die Strahljustierung erfolgt im wesentlichen mittels der Verkippung des Strahlkopfs und der Verschiebung der Linsen, wozu Rändelschrauben im oberen Teil der Apparatur bedient werden müssen. Der Leuchtschirm befindet sich am unteren Ende der Apparatur und ist nur über kleine Fenster unter 45° beobachtbar. Die Justierungszeiten ließen sich erheblich verringern durch eine CCD-Kamera (Panasonic WV-BP 510G mit Objektiv Computar T6Z5710AIDC-CS Blende 1:1.0, Brennweite 5,7 - 34,2 mm), die auf den unteren Leuchtschirm gerichtet ist. Das Bild kann auf einem Videomonitor in Augenhöhe betrachtet oder über einen Videoplotter ausgegeben werden. Abb. 3.5 zeigt beispielhaft die Abbildung eines Kupfernetzchens, das weitgehend ausgeleuchtet ist.



**Abb. 3.5:** Videoprint der Abbildung eines weit ausgeleuchteten Cu-Netzchens mit einer Gitterkonstanten von  $125\ \mu\text{m}$ ; für die Aufnahme von Streuverteilungen wird der Strahl auf die Probenebene fokussiert. Die Verzerrung des Bildes ist dadurch bedingt, daß die Kamera schiefwinklig auf den Leuchtschirm gerichtet ist, ca. 25x Vergrößerung

### 3.2.4 Neue Detektordiode

In [Wittich 1995] wird berichtet, daß bei der Meßauswertung nach Abschluß der Messungen festgestellt wurde, daß die aus den vollständigen Winkelverteilungen berechneten Rückstreuraten je ca. 30% unter den Literaturwerten lagen. Dies wurde auf einen Defekt der verwendeten Lawinendiode zurückgeführt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden dieselben Messungen der vollständigen Winkelverteilung der an massiven Metallen rückgestreuten Elektronen bei senkrechtem und schiefwinkligem Elektroneneinfall mit mehreren neuen Dioden wiederholt. Es stellte sich heraus, daß mit den neuen Dioden die berechneten Rückstreuraten mit den empirisch korrigierten Daten aus [Wittich 1995] und den Literaturangaben übereinstimmen. Damit ist der empirische Korrekturfaktor  $k=1,29$  aus Gleichung (3.5) in [Wittich 1995] für die dortigen Messungen eindeutig gerechtfertigt und nun experimentell nachgewiesen.

### 3.2.5 Korrektur des Meßwerterfassungsprogramms „cabe“

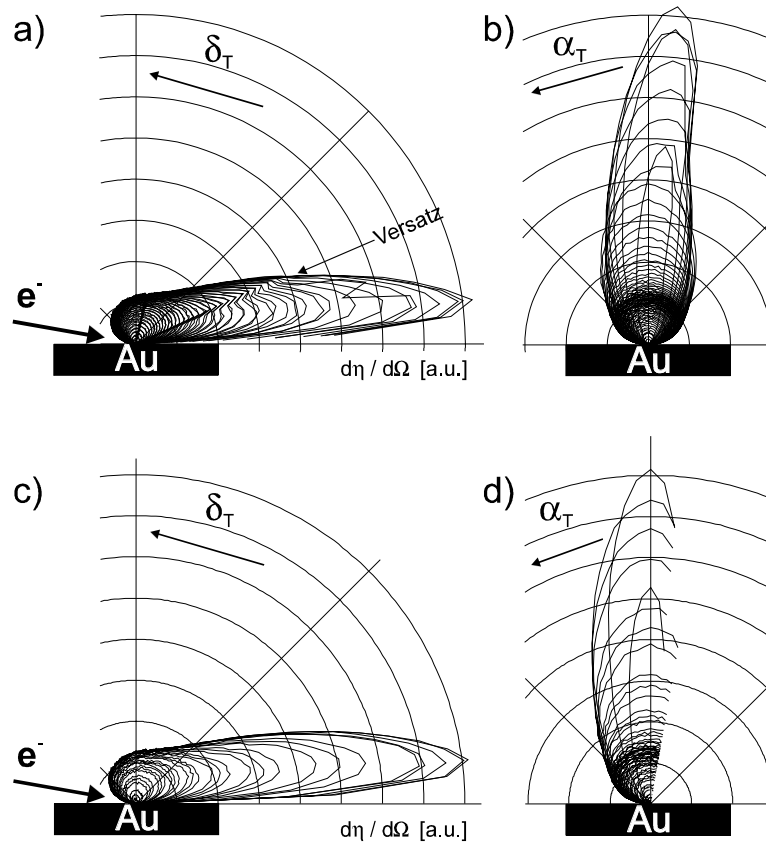
T. Wittich hat nicht nur eine für die Aufnahme von Winkelverteilungen komplette Versuchsanlage zur Verfügung gestellt, sondern auch Meßwerterfassungs- und Auswertungsprogramme. Jedoch wies das Meßprogramm noch eine Unzulänglichkeit auf.

Im Anhang A.5 von [Wittich 1995] wird berichtet, daß die Winkelverteilungen vor allem bei fast streifendem Elektroneneinfall zum Teil asymmetrisch sind, was durch einen Keilwinkel des Targets und/oder die Oberflächenbeschaffenheit der Probe bedingt sei. Abb. 3.6 a) und b) zeigen typische Beispiele eigener Messungen an Gold bei Elektroneneinfall unter  $80^\circ$  zur Normalen, aufgenommen mit dem alten Meßprogramm. Deutlich zu sehen sind die „Verbiegung“ der Azimutalscans und die dazugehörigen Stufen (in Abb. 3.6a mit „Versatz“ gekennzeichnet) in den Polarscans.

Diese Artefakte konnten auf Fehler des Meßprogramms „cabe“ zurückgeführt werden, in dem beim Abspeichern ein Laufindexfehler aufgetreten war. Beispielhaft sind in Abb. 3.6 c) und d) die mit dem korrigierten Meßprogramm aufgenommenen Winkelverteilungen an derselben Probe dargestellt.

### 3.2.6 Magnetische Abschirmung

Die Flugbahn der Elektronen in dem Spektrometer wird durch äußere Magnetfelder gestört. Wird nun das Spektrometer im Magnetfeld geschwenkt, ändert sich diese Bahn und das Spektrometer hat eine ortsabhängige Transmissionscharakteristik. Eine magnetische Abschirmung des Spektrometers ist nicht möglich, da im Wechselwirkungsbauteil nicht genügend Platz vorhanden ist. Also wurde das gesamte Wechselwirkungsbauteil mit einer 100  $\mu\text{m}$  dicken Metallfolie hoher Permeabilität (MUMETALL® Ba 32436 der Firma Vacuumschmelze, relative Permeabilität 4000) ausgekleidet.



**Abb. 3.6:** Behebung von Fehlern im Meßprogramm „cabe“: Gemessene Winkelverteilung der Rückstreuung von Gold bei  $\vartheta_T = 80^\circ$ ; **Alte Version:** **a)** Polarscans für  $\alpha_T \in [0^\circ; 2,5^\circ; \dots; 180^\circ]$ , **b)** Azimutalscans für  $\delta_T \in [0^\circ; 2,5^\circ; \dots; 180^\circ]$ ; **Neue Version:** **c)** Polarscans für  $\alpha_T \in [0^\circ; 2,5^\circ; \dots; 100^\circ]$ , **d)** Azimutalscans für  $\delta_T \in [0^\circ; 2,5^\circ; \dots; 180^\circ]$

### 3.3 Das sphärische Spektrometer

Aufbau und Charakterisierung des sphärischen elektrostatischen Spektrometers waren bereits Gegenstand eines Posterbeitrages auf der 29. Tagung der DGE in Dortmund [Berger 1999a]. Dennoch sollen die Ergebnisse hier noch einmal ausführlich dargestellt werden, da im Tagungsband nur eine Kurzfassung gedruckt werden konnte.

#### 3.3.1 Aufbau und elektronenoptische Parameter des Spektrometers

Für die Aufnahme von Energieverteilungen gestreuter Elektronen in der bestehenden Streuapparatur (Kap. 3.1) ist ein kompaktes, leichtes Spektrometer mit hoher Energieauflösung von Interesse, das auf dem Detektorarm des Wechselwirkungsbauteils (Abb. 3.3 unten) montiert werden kann. Die neu eingebauten Kegelzahnräder (Kap. 3.2.1) sind mit maximal 0,13 Nm belastbar, so daß das Spektrometer am 0,15 m langen Detektorarm höchstens 0,9 kg wiegen darf. Das elektrostatische, sphärische Sektorfeldspektrometer AC-901 der Firma Comstock (Abb. 3.7) erfüllt diese Bedingungen hervorragend, nachdem es durch den Hersteller eine spezielle Isolierung mit Rubinkugeln und keramischen Einfassungen der Schrauben für die Anwendung bei 20 kV erhielt. Aufgrund der sphärischen Symmetrie bietet dieses Spektrometer ferner den Vorteil der doppelten Fokussierung, die sich vorteilhaft auf die Auflösung auswirkt.

Die beiden Elektroden (Abstand 8 mm) umschließen einen mittleren Bahnradius von 36,5 mm (Abb. 3.8). Der Sektorwinkel des elektrostatischen Feldes beträgt „nur“ 160°, jedoch ergibt sich der ideale Ablenkwinkel von 180°, bei dem der Strahl von der Eintrittsblende auf die Austrittsblende fokussiert wird, dadurch, daß sich die Blenden  $L = 6,6$  mm vor bzw. hinter dem Sektorfeld befinden. In [Barber 1933] ist gezeigt, daß die Punkte A, O und B (Abb. 3.8) stets auf einer Geraden liegen. Die Blenden sind zur Erhöhung der Auflösung als Doppelblenden im Abstand von 7,3 mm zueinander ausgeführt. Das elektrostatische Sektorfeld ist seitlich durch geerdete Elektroden begrenzt.

In Abb. 3.7 ist das geöffnete Spektrometer zu sehen, die obere geerdete Elektrode liegt verkehrt herum vor dem Spektrometer. Die Eintrittsseite, bestehend aus Blendenhalter, einer flachen Blende, einer hohen Blende, gerändelter Verschlußmutter und 4 keramikgefaßten Schrauben, ist zerlegt im Vordergrund zu sehen, und an der Austrittsseite ist bereits das lichtdichte Gehäuse zur Aufnahme der Detektordiode angesetzt.

#### 3.3.2 Die Meß- und Hochspannungselektronik

Hinter der doppelten Austrittsblende befindet sich der Elektronendetektor, und zwar die gleiche Lawinendiode, mit der die Winkelverteilungen aufgenommen wurden (Kap. 3.1). In dieser Anwendung im Spektrometer wird die Möglichkeit des Einzelelektronennachweises mit dieser

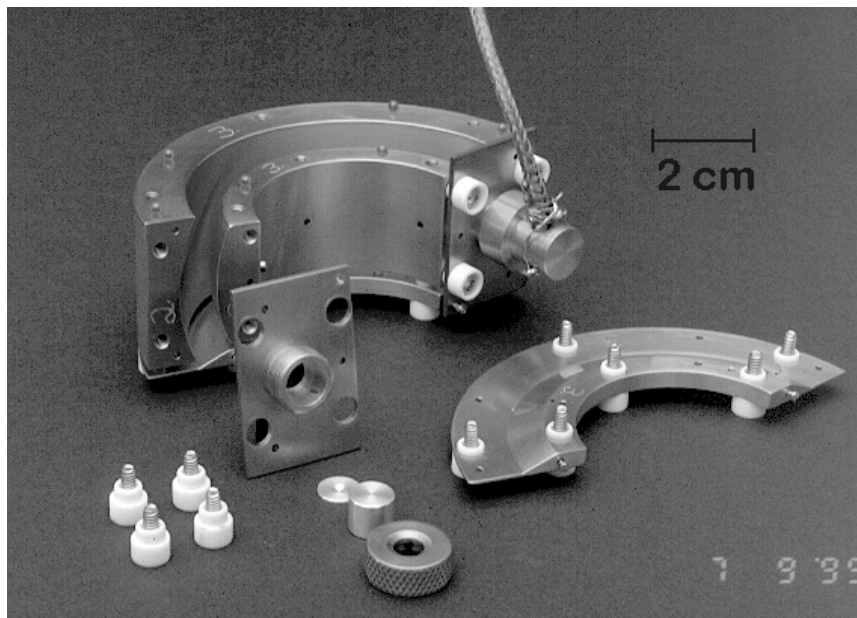


Abb. 3.7: Ansicht des geöffneten sphärischen Spektrometers

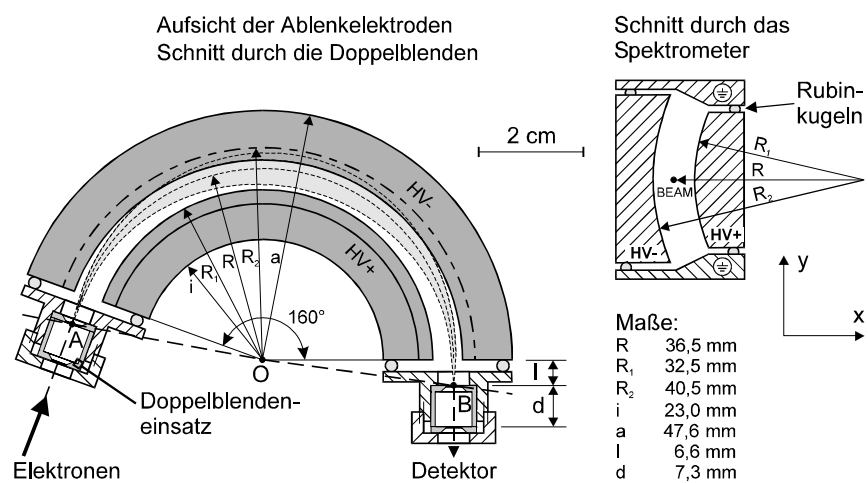


Abb. 3.8: Ansicht, Schnitt und Maße des sphärischen Spektrometers

Diode optimal ausgenutzt. Auch die Meßelektronik ist analog zu der der Winkelverteilungsmessungen aufgebaut, um die registrierten Elektronen ebenfalls zählen zu können. Bei der Aufnahme der Energieverteilungen ist die obere Zählratenbegrenzung (Pile-Up) auf 50 kcps keine ernsthafte Einschränkung, da die doppelt differentielle Streurate im gemessenen Raumwinkel- und Energiebereich maximal die Größenordnung  $1 \cdot 10^{-9} \text{ 1/(sr eV)}$  hat. Also ist für eine Zählrate von 50 kcps an der Diode ein Primärelektronenstrom von 500 nA erforderlich, der bereits störende Kontaminationen der Probe hervorrufen kann.

Aufgrund der Verwendung der Elektronenzählelektronik ist das Detektorsignal proportional zur Anzahl der einfallenden Elektronen und unabhängig von deren Energie. Für die Kalibrierung der aufgenommenen Spektren sind energieunabhängige Detektoren vorteilhaft gegenüber den energieabhängigen, wie z. B. Photodioden und Photomultiplier im Strom-Mode, da die Spektren nicht durch die Energieabhängigkeit des Detektors verfälscht werden. Zu diesem Thema ist im Rahmen des Kooperationsprojektes dieser Arbeit eine ausführliche Veröffentlichung entstanden [Berger 1999c]. In Ergänzung zu den dortigen Ausführungen sei angemerkt, daß die Vorteile der Pulszählung gegenüber der nicht-zählenden Elektronik bei der Aufnahme von Elektronenspektren bereits in [Shimizu 1983] erkannt wurden, jedoch werden die bei nicht-zählenden Elektroniken entstehenden Fehler erst in der neueren Arbeit [Berger 1999c] systematisch untersucht.

### Hochspannungsversorgung

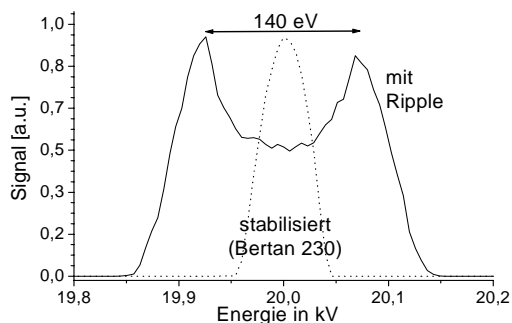
Die Ablenkhochspannung wird durch zwei computergesteuerte Netzgeräte (230-05R der Firma Bertan) erzeugt, deren Spannungsstabilität mit  $\pm 2,5 \cdot 10^{-5}$  deutlich besser ist als die angestrebte Energieauflösung von 0,15%. Ferner ist diese Spannungsstabilität besser als die Genauigkeit der Steuerspannung (0-5 V in 4096 Stufen), mit der diese Geräte angesteuert werden, was im folgenden Abschnitt noch erläutert werden wird.

Schwankungen der Ablenkhochspannung können sich auf die Form der aufgenommenen Spektren auswirken. Die Justiermessungen waren zunächst mit anderen Hochspannungsgeräten ausgeführt worden. Bei der Aufnahme von Spektren eines monoenergetischen Strahls zeigten sich die in Abb. 3.9) beispielhaft gezeigten Doppelpeaks; eigentlich wäre nur ein Peak zu erwarten gewesen. Die langwierige Fehlersuche zeigte, daß weder äußere Störfelder oder Reflexionen des Elektronenstrahls im Spektrometer, noch Schwankungen des Elektronenstrahls oder ein Hohlstrahl, noch der Kathodentyp, noch Verunreinigungen im Kondensor, noch ein lateraler Defekt der Detektorfläche, sondern die Schwankungen (Ripple) der Ablenkhochspannung (s. Abb. 3.10a) dafür verantwortlich sind. Der gemeinsame Ripple beider Ablenkspannungen betrug 0,7% und entspricht damit exakt dem relativen Abstand  $140 \text{ eV} / 20 \text{ keV} = 0,7\%$  der Doppelpeaks in Abb. 3.9.

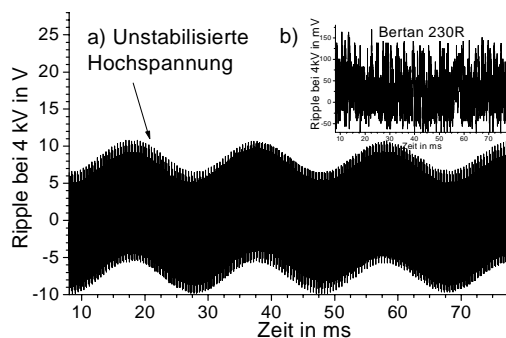
Bereits ein  $1 \mu\text{F}$ -Kondensator glättet die Ablenkhochspannung so weit, daß der Doppelpeak zu einem einzelnen verschmilzt. In Abb. 3.10b) sind ferner die verschwindend kleinen Schwankungen der Hochspannung der neuen Netzgeräte zu sehen.



**Abb. 3.9:** Spektrum eines monoenergetischen Strahls mit einer oszillierenden bzw. stabilisierten Ablenkhochnspannung



**Abb.3.10:** a) Ripple der Ablenkhochnspannung, die zu dem Doppelpeak aus Abb. 3.9 führt; b) Ripple der verwendeten stabilisierten Hochspannung



#### A/D- und D/A-Wandler

Als Vermittler zwischen Computer und Hochspannungsgeneratoren bzw. Ratemeter dient eine A/D-D/A-Wandlerkarte CIO-DAS08-AOH von Computer Boards mit einer Auflösung von 12 bit und einer ausreichenden Stabilität. Die verwendeten D/A- und A/D-Wandler besitzen eine Auflösung von 12 bit = 4096 Kanäle.

Der D/A-Wandler setzt die Kanalzahl zwischen 1 und 4096 in eine Spannung zwischen 0 und 5 V um, die dann durch die beiden Hochspannungsgeräte (s. o.) auf die positive und negative Ablenkhochnspannung mit dem Faktor 1000 hochtransformiert wird. Die Spektren werden mit einer Schrittweite der Energieachse von 5,7 eV aufgenommen: Für die Detektion von 20 keV-Elektronen müssen die Ablenkhochnspannungen  $\pm 4,25$  kV angelegt werden (Kap. 3.4.6), der D/A-Wandler muß also 4,25 V ausgeben, was der Kanalnummer  $4096 \cdot 4,25/5 = 3481$  entspricht. Jeder Kanal entspricht also einer Änderung der Ablenkhochnspannungen von  $\pm 1,22$  V und einer Änderung der Energie der Elektronen, die das Spektrometer passieren, von 5,7 eV.

Das Signal des Detektors wird mit einer Pulszählelektronik analysiert (s. Kap. 3.1), wobei das Ratemeter eine zur Zählrate proportionale Spannung zwischen 0 und 10 V ausgibt, die von dem A/D-Wandler in eine Kanalzahl zwischen 1 und 4096 umgesetzt wird. Das Detektorsignal wird mit einer Genauigkeit von  $1/4096 = 0,02\%$  eingelesen. Die absolute Genauigkeit hängt von den jeweiligen Einstellungen des Meßbereichs des Ratemeters ab.

### 3.3.3 Die Meßwerterfassungssoftware SDES

Für die automatische Messung der Energieverteilungen wurde ein Computerprogramm geschrieben, das die Ablenkhochspannung des Spektrometers einstellt und das Signal des Detektors (die Zählrate) einliest. Die Abkürzung SDES steht für Spektrometer-Datenerfassungssoftware.

#### Wahl der Programmiersprache C++

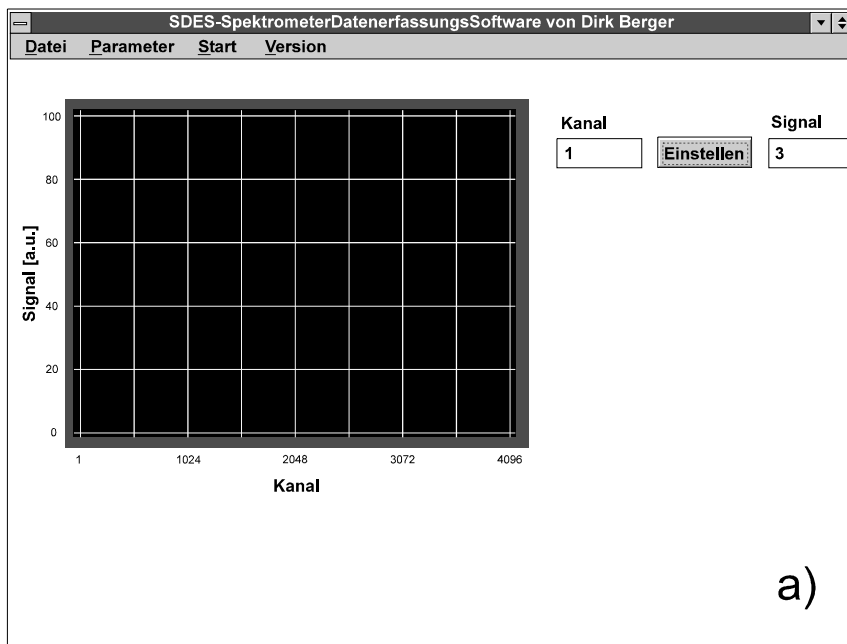
Die Programmiersprache C++ bietet explizit die Möglichkeit, „echte“ Windowsanwendungen zu programmieren. Damit kann von sämtlichen Vorzügen der Windowsbetriebssysteme Windows 3.1, Windows 98 und Windows NT Gebrauch gemacht werden. Für den Anwender bedeutet das zum Beispiel die gewohnte fensterorientierte Benutzeroberfläche mit der Datenein- und -ausgabe in Dialogboxen und die Befehlseingabe mittels Maus und Auswahlménüs. Ferner sind der Parallelbetrieb (Multitasking) mehrerer Anwendungsprogramme (während der Messung) und die einfache Übertragung von Daten zwischen den Anwendungsprogrammen zu nennen. Die Meßwerterfassungssoftware wurde mit dem Borland-Compiler 4.52 erstellt, der die Kompilierung desselben Quellcodes (Anhang B) für die 3 Windowsbetriebssysteme gestattet und mit dem vorgefertigte Windowsmodule verwendet werden können.

#### Eigenschaften des Programms SDES

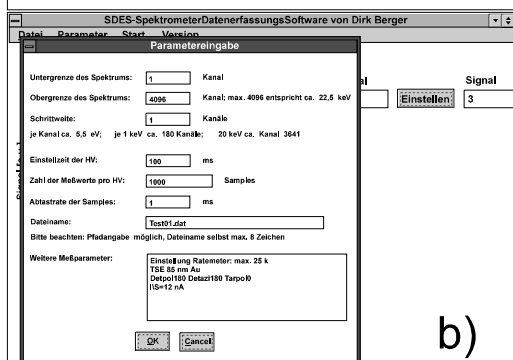
Nach dem Starten des Programms findet der Nutzer die vertraute Windowsoberfläche vor (Abb. 3.11a). Auf der linken Seite des Hauptfensters befindet sich ein Oszillographenbild, in dem während der Messung über der Ablenkhochspannung des Spektrometers das eingelesene Signal des Spektrometers dargestellt wird. Zunächst ist dieses Bild jedoch leer.

Auf der rechten Seite des Hauptfensters kann durch eine Eingabe im Feld „Kanal“ direkt eine feste Ablenkhochspannung an das Spektrometer ausgegeben werden. Das geschieht jedoch erst nach einem Mausklick auf das Feld „Einstellungen“. Mit einer Verzögerung von ca. 1 s wird danach vom Programm automatisch das Spektrometersignal eingelesen und im Feld „Signal“ angezeigt. Diese Option ist insbesondere für Justierzwecke gedacht. Sowohl die ausgegebene Ablenkhochspannung als auch das eingelesene Signal werden als digitaler Wert des A/D- bzw. D/A-Wandlers in der Einheit „Kanal“ dargestellt. In dem Oszillographenbild hingegen wird das Spektrum nach der Messung auf den maximalen Wert skaliert, um auch kleine Signale sichtbar zu machen.

Zur Aufnahme von Spektren müssen zunächst die Meßparameter definiert werden, was mit dem Roll-up-Menü „Parameter“ geschieht. Nach dem Mausklick auf das Wort „Parameter“ in der Titelleiste (oder der Tastenkombination Alt + P) erscheint ein neues

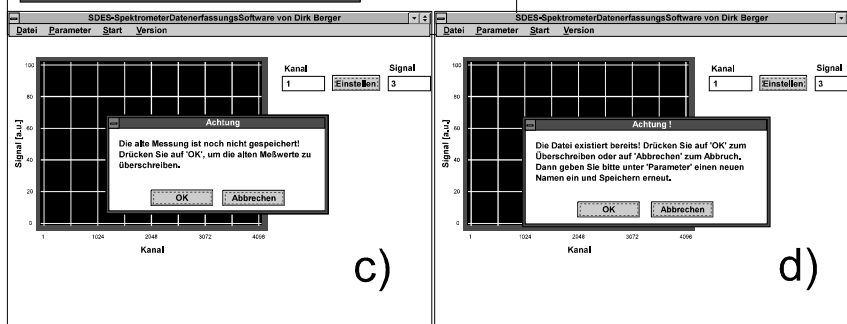


a)



b)

**Fig. 3.11 a)-d):**  
Bildschirmanzeigen des  
in C++ geschriebenen  
Windows-Programms  
SDES zur Meßdatenauf-  
nahme von Spektren,  
Erläuterungen im Text



c)

d)

Fenster „Parametereingabe“ (Abb. 3.11b). In den oberen 3 Feldern werden die Werte für den Scanbereich und die Schrittweite des Spektrums eingegeben; es sind jeweils Zahlen zwischen 1 und 4096 möglich. Der Scanbereich hat maximal 4096 Kanäle (komplettes Spektrum), jedoch ist es auch möglich, nur einen Teil davon zu durchlaufen. Diese Angaben beziehen sich nur auf die Messung des Spektrums. In der später abgespeicherten Meßwertdatei befinden sich stets 4096 Zeilen mit den y-Werten des Spektrums, gegebenenfalls werden die Zeilen mit dem Wert „0“ gefüllt. Diese Vorgehensweise erlaubt auf einfachstem Wege die direkte Vergleichbarkeit verschiedener Messungen in der folgenden Auswertung.

Die nächsten 3 Felder im Fenster „Parametereingabe“ (Abb. 3.11b) betreffen Geschwindigkeit und Genauigkeit der Meßwertaufnahme. Nachdem der D/A-Wandler den Wert für die Ablenkhochnspannung ausgegeben hat, wird die Zeit „Einstellzeit der HV“ abgewartet, bevor „Zahl der Meßwerte pro HV“-mal der Wert des A/D-Wandlers (Spektrometersignal) eingelesen wird. Die Geschwindigkeit des Einlesens dieser Werte wird mit „Abtastrate der Samples“ eingestellt, die Eingabe des Wertes „0“ bedeutet eine Abtastrate von 9 kHz: alle 0,1 ms wird ein Meßwert eingelesen. Sollten sich Periodizitäten im Spektrometersignal befinden, können diese durch eine geeignete Wahl von „Abtastrate der Samples“ gemittelt werden.

Die Wahl der Parameter, die die Geschwindigkeit des Scans betreffen (s. o.), muß auf die verwendete Meßelektronik abgestimmt werden. Im vorliegenden Aufbau wurden experimentell die folgenden Werte gefunden: Schrittweite: 1 Kanal, Einstellzeit der Hochspannung: 100 ms, Zahl der Meßwerte: 1000, Abtastrate: 0. Damit dauert die Aufnahme eines kompletten Spektrums bei der Primärenergie von 20 keV ungefähr 16 Minuten. Treten im Spektrum schnelle Intensitätsänderungen (monoenergetischer Primärstrahl) auf, dann ist die Verlängerung der Einstellzeit der Hochspannung auf 1000 ms ratsam, wobei sich die Meßzeit auf 75 Minuten pro Spektrum verlängert.

In den letzten beiden Feldern des Fensters „Parametereingabe“ (Abb. 3.11b) werden der Name der Meßdatei (eventuell mit Pfadangabe, s. u.) und beliebig viele zusätzliche Angaben weiterer Meßparameter eingegeben. Die zusätzlichen Angaben sowie alle zuvor eingegebenen Meßparameter werden ebenfalls abgespeichert (s. u.). Damit ist stets die volle Dokumentation der Messungen gewährleistet.

Nach dem Anklicken von „OK“ werden die Parametereingaben übernommen, und es erscheint wieder das Hauptfenster des Programms.

Die Aufnahme eines Spektrums geschieht durch einen Mausklick auf das Wort „Start“ in der Titelleiste (oder durch die Tastenkombination Alt + S). Dabei werden die Werte der vorangegangenen Messung überschrieben. Zur Vermeidung von Datenverlusten erfolgt die neue Aufnahme jedoch nur, wenn die zuvor aufgenommene Messung auf der Festplatte gespeichert worden ist. Ansonsten wird der Nutzer vor Beginn der Messung zur Speicherung aufgefordert (Abb. 3.9c).

Nach der Messung erscheint das Spektrum auf das Maximum skaliert im Oszillographenbild und die Hochspannung des Spektrometers wird abgeschaltet, zu sehen an der Zahl „1“ im Feld „Kanal“ des Hauptfensters. Die Speicherung der Messung erfolgt durch einen

Mausklick auf das Wort „Datei“ in der Titelleiste (oder Tastenkombination Alt + D) und dann im erscheinenden Roll-up-Fenster durch einen Mausklick auf das Wort „Speichern“ (oder Taste S). Aus Sicherheitsgründen erfolgt die Speicherung auf der Festplatte nur, falls es noch keine gleichlautende Datei gibt, ansonsten erscheint auf dem Bildschirm eine Fehlermeldung (Abb. 3.11d) und der Nutzer kann sich entscheiden, ob die alte Datei gelöscht und überschrieben werden soll oder ob die aktuelle Meßdatei einen neuen Namen bekommen soll.

Beim Speichern eines gemessenen Spektrums werden jeweils 2 Dateien auf die Festplatte geschrieben. Die erste Datei hat den vom Nutzer gewählten Namen (standardmäßig mit der Namensweiterung \*.dat) und enthält stets 4096 Zeilen mit den y-Werten (= Spektrometersignal als digitaler Wert des A/D-Wandlers) des gemessenen Spektrums. Sofern zu einer Zeile (= digitaler Wert des D/A-Wandlers zur Ausgabe der Ablenkhochspannung) keine Messung erfolgte, da diese Zeile außerhalb des gewählten Scanbereichs liegt, ist diese Zeile mit dem Wert „0“ gefüllt. Wird eine Schrittweite größer 1 Kanal gewählt, dann werden die dazwischenliegenden Zeilen der Datei mit dem Wert der vorangehenden Zeile gefüllt. Die zweite Datei hat die Namensweiterung \*.txt und enthält automatisch im ASCII-Textformat die vom Nutzer gewählten Parameter der Messung und den vom Nutzer im Feld „Weitere Parameter“ eingegebenen Text.

Nach erfolgten Messungen kann das Programm über das Roll-up-Fenster „Datei“ und „Beenden“ verlassen werden. Wiederum erfolgt eine Fehlermeldung, falls versucht wird, das Programm zu verlassen, ohne vorher die letzte Messung zu speichern.

Der Quellcode des Programms findet sich im Anhang B.

### 3.4 Charakterisierung des sphärischen Spektrometers

Bekannterweise werden die mit einem Spektrometer aufgenommenen Spektren durch die Eigenschaften (die Antwortfunktion) des Spektrometers verändert. Zur Erlangung physikalischer Spektren ist daher die Kenntnis der Antwortfunktion erforderlich (s. Kap. 3.4.2). Dabei genügt es nicht, nur die Energieabhängigkeit der Antwortfunktion, z. B. indem ein monoenergetischer Elektronenstrahl in das Spektrometer geleitet wird, zu untersuchen, da das Signal des Spektrometers auch von Größe, Richtung und Divergenz des einfallenden Strahls abhängt.

Daher kann die Charakterisierung des sphärischen Spektrometers nicht in der Streuapparatur (Kap. 3.1), wo es später eingesetzt werden soll, erfolgen. Für die Charakterisierung wurde daher ein separater Meßplatz aufgebaut (Kap. 3.4.3), an dem die in den Kap. 3.4.4-6 dargestellten Messungen ausgeführt wurden.

### 3.4.1 Asymmetrische Ablenkspannung

Wird an die innere sphärische Elektrode die Spannung  $U_1 > 0$  und an die äußere Elektrode die Spannung  $U_2 < 0$  angelegt, dann befindet sich zwischen diesen das elektrische Feld eines Kugelkondensators, in dem sich Elektronen der Energie  $E_0 = E_1$  mit

$$E_1 = \frac{eU}{R_2/R_1 - R_1/R_2} \quad (3.1)$$

auf der Kreisbahn mit  $R = (R_2 + R_1)/2$  bewegen.  $E_1$  wird auch die mit der Ablenkspannung

$$U = |U_1| + |U_2| \quad (3.2)$$

eingestellte Pass-Energie genannt. Die Beträge von  $U_1$  und  $U_2$  müssen gemäß

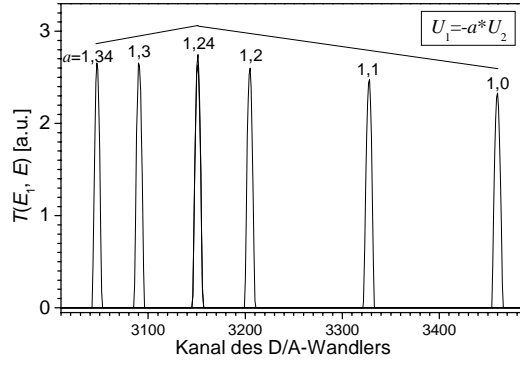
$$U_1 = U_2 \cdot \frac{R_2 R_2 - R_1 R_2}{R_1 R_1 - R_1 R_2} \approx -1,25 \cdot U_2 \quad (3.3)$$

asymmetrisch gewählt werden, wie die Berechnung des Potentialverlaufs im Kugelkondensator ergibt. Mit den asymmetrischen Spannungen wird erreicht, daß die Nullpotentialfläche zwischen den Elektroden mit der geometrischen Mitte  $R = (R_2 + R_1)/2$  zwischen diesen zusammenfällt, auf der sich auch die Ein- und Austrittsblenden befinden.

**Anmerkung:**

Im Experiment hat sich gezeigt, daß sich das Spektrometer nicht justieren läßt, wenn die Ablenkspannungen symmetrisch mit  $U_1 = -U_2$  gewählt werden, da dann die Blenden nicht exakt auf der Nullpotentialfläche  $R_0 = 2R_1 R_2 / (R_1 + R_2)$  liegen. Bei dem sphärischen Spektrometer ist  $R_0$  ungefähr 0,3 mm größer als der Radius der geometrischen Mitte. Daher ist dann insbesondere für kleine Elektronenenergien die Transmission des Spektrometers geringer als zu erwarten. Dennoch wird diese Art der Spannungsversorgung im Handbuch empfohlen, vermutlich da dies leichter zu realisieren ist und da der Hersteller von größeren Blendendurchmessern ausgeht als sie im Rahmen dieser Arbeit erforderlich waren.

Abb. 3.12 zeigt den Einfluß der Asymmetrie der beiden Ablenkspannungen, wobei  $U_1 = -aU_2$  gilt, auf die Spektren eines monoenergetischen Strahls bei  $E_0 = 20$  keV. Die größte Intensität ergibt sich bei der asymmetrischen Spannung nach Gl. (3.3), gegenüber der symmetrischen Spannungsverteilung ist das Signal ungefähr 15% größer. Dieser Effekt ist hier für das Spektrometer mit 310 µm-Doppelblenden gezeigt. Je kleiner die Blenden sind, desto größer ist der Effekt, bei 130 µm-Doppelblenden schließlich läßt sich für  $a = 1$  (symmetrische Spannungen) kein Strahl durch das Spektrometer fädeln.



**Abb. 3.12:** Einfluß der Wahl des Verhältnisses von positiver zu negativer Ablenkhohtspannung auf die Intensität der Spektren

### 3.4.2 Transmissionscharakteristik

#### Definition der Transmissionscharakteristik

Die Elektronen der Energie  $E_0 = E_1$  können das Sektorfeld nicht nur bei der durch Gl. 3.1 gegebenen Ablenkspannung  $U$ , sondern auch bei einer (leicht) von  $U$  abweichenden Spannung passieren. Das bedeutet u.a., daß ein monoenergetischer Strahl, der auf das Spektrometer fällt, nicht nur an der betreffenden Stelle im gemessenen Energiespektrum erscheint, sondern auch zu beiden Seiten dieser Energiemarke. In der Regel hat das Spektrum eines monoenergetischen Strahls eine gaußförmige Verteilung, deren Breite als Energieauflösung des Spektrometers bezeichnet wird.

Allgemein ergibt sich das mit dem Spektrometer aufgenommene Signal  $i_{\text{reg}}$  zu:

$$i_{\text{reg}}(E_1) = \int_0^{\infty} D(E) T(E_1, E) N(E) dE \quad (3.4)$$

mit der Energieverteilung der Elektronen am Spektrometereingang  $N(E)$ , der Detektorfunktion  $D(E)$  und der Antwortfunktion/Transmissionscharakteristik  $T(E_1, E)$ . Dabei wird also die Antwortfunktion des gesamten Spektrometers zerlegt in die des sphärischen Sektor-Ablenkfeldes  $T(E_1, E)$  und die des Elektronendetektors  $D(E)$  am Ausgang des Ablenkfeldes. Die Antwort  $T(E_1, E)$  des Ablenkfeldes ist sowohl von der nach Gl. 3.1 über die Ablenkhohtspannung eingestellten Pass-Energie  $E_1$  als auch von der Elektronenenergie  $E$  abhängig.

Im Falle der Einstrahlung von  $n_0$  monoenergetischen Elektronen der Energie  $E_0$  reduziert sich Gleichung (3.4) auf:

$$i_{\text{reg}}(E_1) = n_0 D(E_0) T(E_1, E_0) . \quad (3.5)$$

Wenn die Detektorfunktion  $D(E)$  bekannt ist, läßt sich also mit monoenergetischen Elektronen die Transmissionscharakteristik  $T(E_1, E)$  des sphärischen Sektorfeldes bestim-

men. Dazu wird der primäre Elektronenstrahl, der die bei thermischen Elektronenstrahlquellen übliche Energiebreite von einigen eV besitzt, direkt in das Spektrometer geleitet und dann die Ablenkspannung  $U$  unter Berücksichtigung von Gl. (3.3) gescannt.

Die Detektorfunktion  $D(E)$  ist bei der verwendeten Pulszählelektronik unabhängig von der Energie  $E$  der Elektronen, die lediglich in die Höhe des Signals der Lawinendioden eingeht. In diesem Fall ist die Transmissionscharakteristik  $T(E_1, E)$  proportional zum Spektrometersignal  $i_{\text{reg}}$  (bei Einstrahlung monoenergetischer Elektronen).

### Anwendung der Transmissionscharakteristik

Ist die Transmissionscharakteristik  $T(E_1, E)$  nur in der näheren Umgebung von  $E_1$  ungleich Null, dann läßt sich aus einem gemessenen Spektrum  $i_{\text{reg}}(E_1)$  die Energieverteilung  $N(E_1)$  der Elektronen nach Gl. 3.4 abschätzen:

$$N(E_1) = \frac{i_{\text{reg}}(E_1)}{D(E_1) \int_0^\infty T(E_1, E) dE} . \quad (3.6)$$

Aus der Energieverteilung  $N(E_1)$  ergeben sich die auf die Zahl  $n_0$  der einfallenden Elektronen normierten Spektren  $f(E_1, \Omega)$ :

$$f(E_1, \Omega) = \frac{1}{n_0} N(E_1) . \quad (3.7)$$

Das Integral im Nenner von Gl. 3.6 beschreibt die Fläche unter der Transmissionscharakteristik bei der jeweiligen Energie  $E_1$ . Bei den Messungen mit den elektrostatischen Spektrometern dieser Arbeit (Kap. 3.4.5 und 3.5) wird sich herausstellen, daß das Integral  $\int_0^\infty T(E_1, E) dE$  proportional zur Energie  $E_1$  ist. Also erhält man die Form der physikalischen Spektren  $f(E_1, \Omega)$ , indem das gemessene Spektrum  $i_{\text{reg}}(E_1)$  durch die Energie  $E_1$  geteilt wird:

$$f(E_1, \Omega) \sim \frac{i_{\text{reg}}(E_1)}{E_1} . \quad (3.8)$$

Die Pass-Energie  $E_1$  ergibt sich nach Gl. 3.1 aus der eingestellten Ablenkspannung, die sich wiederum aus dem im Meßwerterfassungsprogramm SDES eingestellten digitalen Wert (Kanal) des D/A-Wandlers ergibt. Dabei ist  $E_1$  linear zu dieser Kanalnummer. Ein Großteil der Spektren in dieser Arbeit wird über der Kanalnummer aufgetragen, wobei das gemessene Signal dann durch die Kanalnummer geteilt wurde. Also entspricht die Form der gezeigten Spektren stets der tatsächlichen Form der Energieverteilung, lediglich die Skalierung der Achse ist eine andere. Ferner ist die Messung der Transmissionscharakteristik hilfreich beim Vergleich von Ergebnissen von Monte-Carlo-Simulationen mit gemessenen

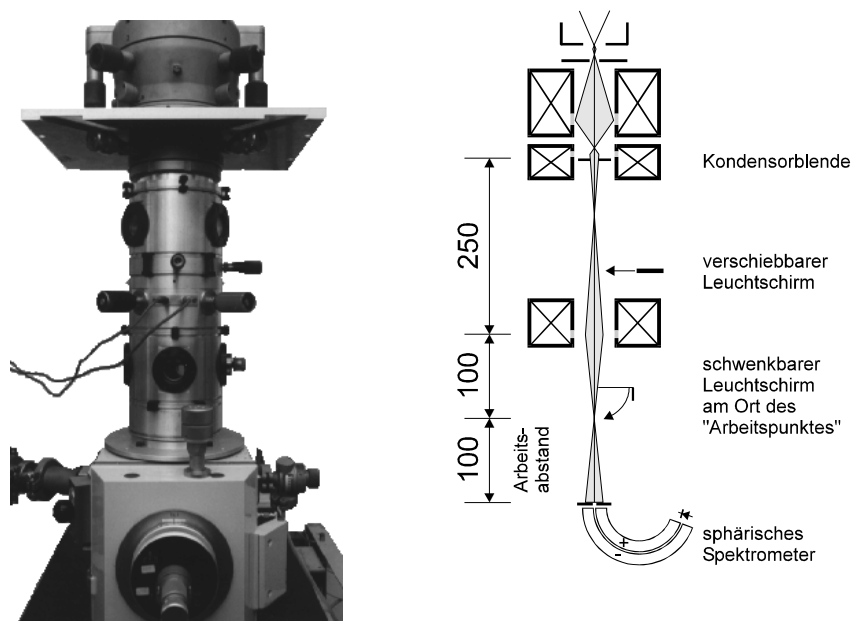


Spektren. Die simulierten Spektren werden mit der (energieabhängigen) Transmissionscharakteristik gefaltet, um die Veränderung der physikalischen Spektren durch die Antwortfunktion des Spektrometers zu berücksichtigen (s. Kap. 3.5.4 und Kap. 4.4 und 5).

### 3.4.3 Meßplatz zur Aufnahme der Transmissionscharakteristik

Der Meßplatz zur Charakterisierung des sphärischen Spektrometers ist in Abb. 3.13 zu sehen, links die Außenansicht und rechts die Elektronenoptik. Der Elektronenstrahl eines thermischen Emitters (Siemens Elmiskops 1A) mit Doppelkondensor wird durch eine weitere Linse auf einen Punkt, der 100 mm vor dem Eintritt des Spektrometers („Arbeitspunkt“) liegt, fokussiert. Diese Entfernung von 100 mm entspricht der Entfernung zwischen Probe und Spektrometereintritt beim späteren Einsatz des Spektrometers in der Streuapparatur (Kap. 3.1). In der hier beschriebenen Apparatur läßt sich an die Stelle des „Arbeitspunktes“ ein Leuchtschirm in den Strahlengang schwenken, um die Strahlfokussierung zu beobachten.

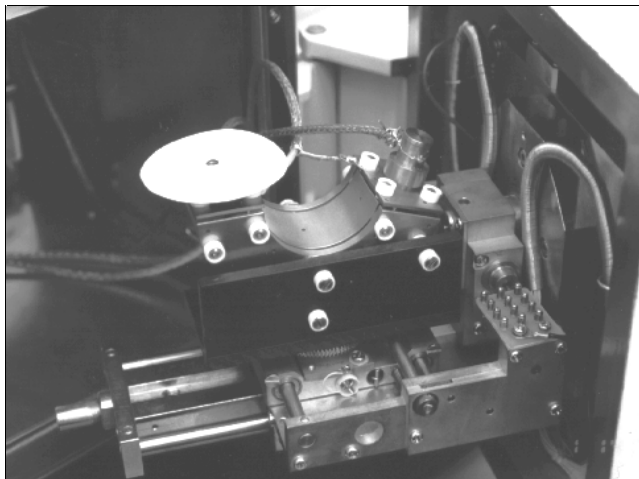
Die bisher beschriebene elektronenoptische Säule ist auf der Wechselwirkungskammer eines ehemaligen Rasterelektronenmikroskops, von dem ferner die Vakuumanlagen übernommen wurden, montiert. Das Spektrometer ist so auf dem Probenstisch befestigt, daß



**Abb. 3.13:** Außenansicht und Schema der Elektronenoptik der Elektronenstrahlapparatur zur Charakterisierung des sphärischen Spektrometers

die Eintrittsblende senkrecht zum Elektronenstrahl steht (Abb. 3.14). An der Eingangsseite des Spektrometers ist zur Strahlbeobachtung beim Justieren ein großer durchbohrter Leuchtschirm angebracht. Dieser Leuchtschirm wird über einen optischen Spiegel betrachtet, der sich unter  $45^\circ$  in der Vakuumsäule hinter dem Sichtfenster des Vakuumbauteils „Schwenkbarer Leuchtschirm“ (Abb. 3.13) befindet. Die Größe der Kondensorblende und die Kondensorerregung werden derart eingestellt, daß die Apertur des Strahls ausreicht, die Eintrittsblende homogen auszuleuchten. Der Strahlkopf wird mit demselben Hochspannungsnetzgerät betrieben, das auch in der Streuapparatur verwendet wird. Damit ist die exakte Kenntnis der Größe der Beschleunigungsspannung unnötig.

Für die Messung der Energieabhängigkeit der Transmissionscharakteristik ist die Kenntnis des Primärelektronenstromes erforderlich. Dazu befindet sich neben dem Spektrometer in der Versuchsapparatur ein Faradaybecher (Kupferrohr  $\varnothing 1 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ ), der in den Strahl geschoben werden kann. Der am Faradaybecher abfallende Strom in der Größenordnung einiger fA (ca. 6000 Elektronen/s) wird mit einem hochempfindlichen Verstärker (LCA-30-1T der Firma Femto mit einem nachgeschalteten, selbstgebauten Tiefpaß 1 Hz) mit einer Verstärkung von 1TV/A umgewandelt und mit einer Mittelung von 51,2 s (Voltmeter 7081 der Firma Schlumberger) aufgezeichnet. Diese kleinen Ströme lassen sich nur messen, wenn zuvor Netzbrummen und Erdschleifen weitestgehend entfernt wurden. Daher erfolgt die Erdung aller Geräte des Meßaufbaus mit 10-mm<sup>2</sup>-Kupferkabeln, die sternförmig von einem zentralen Punkt ausgehen, und zwar der Vakuumdurchführung der Strahlstrommessung. Diese Durchführung mußte ferner sorgfältig ausgewählt werden; es erwies sich nur eine Triax-Verbindung der Firma Lemo als tauglich, vermutlich da nur diese einen (gegenüber dem Rückkopplungswiderstand des Stromverstärkers) hinreichend großen Isolationswiderstand aufweist. Sämtliche Messungen der Transmissionscharakteristik erfolgen mit der in Kap. 3.3.2 beschriebenen Meßelektronik und der Meßwerterfassungssoftware SDES.

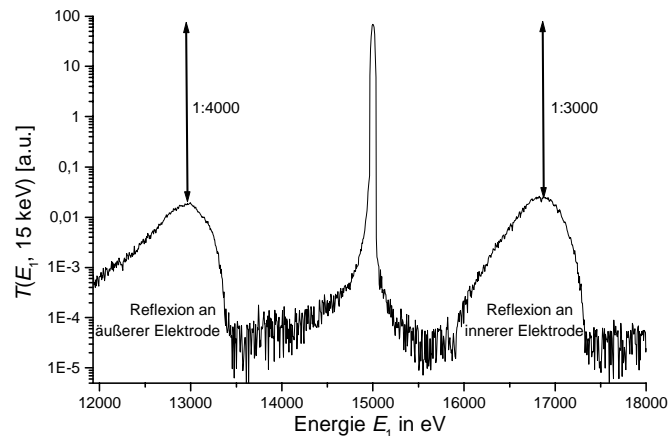


**Abb. 3.14:** Montage des sphärischen Spektrometers im Meßplatz zur Charakterisierung auf einem Probentisch eines ehemaligen Rasterelektronenmikroskops; am Spektrometereingang befindet sich ein durchbohrter Leuchtschirm

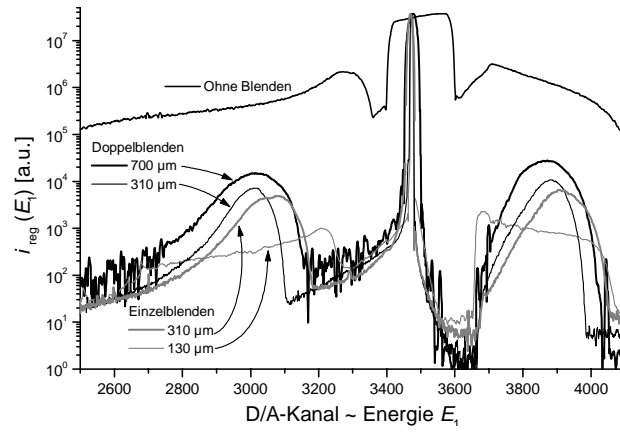
### 3.4.4 Messungen der Transmissionscharakteristik

Abb. 3.15 zeigt die Transmissionscharakteristik  $T(E_i, E_0)$  des sphärischen Sektorfeldes für einen monoenergetischen Strahl mit  $E_0=15$  keV. Neben dem intensiven Peak bei der Primärenergie mit der Halbwertsbreite  $\Delta E$  gibt es je einen breiten Peak 2,6 keV unterhalb und 2,3 keV oberhalb davon. Diese breiten „Seitenpeaks“ sind durch an den Elektroden rückgestreute Elektronen verursacht. Die Form dieser Peaks erinnert an die Form der Spektren von an massiven Metallen rückgestreuter Elektronen (Abb. 4.5): eine steile Flanke auf der hochenergetischen Seite und einen flachen Abfall in Richtung größerer Energieverluste.

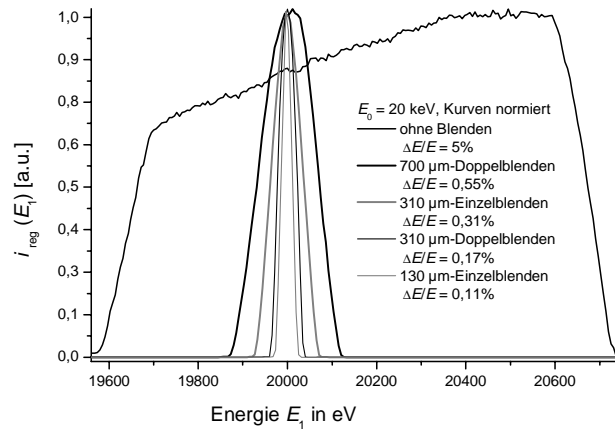
Solche „Seitenpeaks“ sind typisch für elektrostatische Spektrometer und seit langem bekannt [Froitzheim 1975, Reimer 1978, Schindler 1999, Berger 1999c]. Dennoch ist die exakte Kenntnis der Transmissionscharakteristik für die Analyse der Meßdaten nach Gl. 3.4 erforderlich. Diese muß für jedes Spektrometer und für jede Konfiguration desselben gemessen werden. Form und Intensität der „Seitenpeaks“ hängen stark von den Ein- und Austrittsblenden ab, aufgezeichnet in Abb. 3.16 für  $E_0 = 20$  keV und normiert auf denselben Maximalwert. Es zeigt sich, daß keine einfache Funktion den Einfluß der Blenden beschreiben kann. Durch die Größe der Ein- und Austrittsblenden wird ferner die Energieauflösung des Spektrums bestimmt, wie sich aus der Ausschnittsvergrößerung in Abb. 3.17 zeigt. Die Energieauflösung wird im folgenden Abschnitt näher untersucht. Die Transmissionscharakteristik hängt erwartungsgemäß linear von der Energie ab. Die Messungen für die beiden Beschleunigungsspannungen 10 und 15 kV sind in Abb. 3.18 dargestellt. Diese Linearität vereinfacht die Korrektur der Meßergebnisse erheblich (Kap.4), da die Meßwerte dann auch mit einer linear energieabhängigen Korrekturfunktion (vgl. Kap. 3.5 und 4.4.2) gefaltet werden können. Für dieses sphärische Spektrometer ist jedoch zu beachten, daß die Transmissionscharakteristika in Abb. 3.15 und 3.16 logarithmisch aufgetragen sind. Der Anteil der gestreuten Elektronen in den Seitenpeaks und im Untergrund ist tatsächlich sehr gering gegenüber



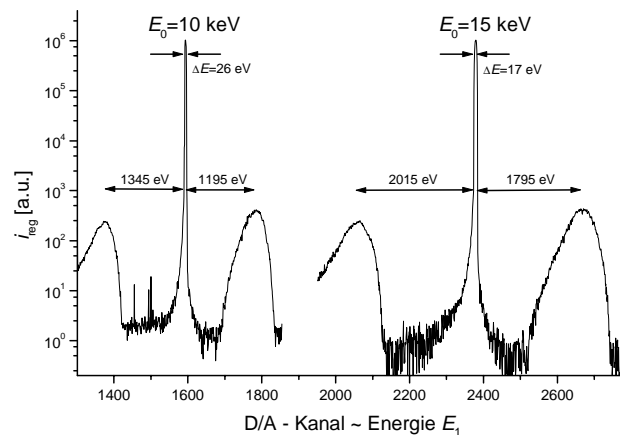
**Abb. 3.15:** Transmissionscharakteristik  $T(E_i, 15 \text{ keV})$  des sphärischen Spektrometers mit 310  $\mu\text{m}$ -Doppelblenden in logarithmischer Auftragung



**Abb. 3.16:** Transmissionscharakteristik des sphärischen Spektrometers für verschiedene Blenden,  $E_0=20$  keV, logarithmische Darstellung



**Abb. 3.17:** Energieauflösung des sphärischen Spektrometers für verschiedene Blenden,  $E_0=20$  keV, lineare Darstellung



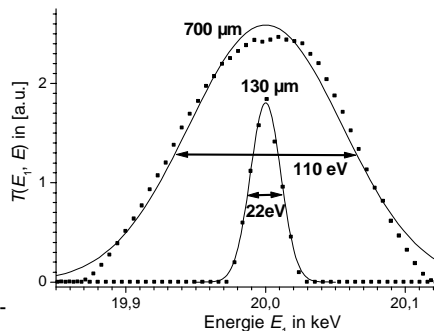
**Abb. 3.18:** Transmissionscharakteristik bei verschiedenen Energien  $E_0$ , 310  $\mu\text{m}$ -Blenden

den Elektronen im Primärpeak: über 99% der Elektronen befinden sich im zentralen Primärpeak. Tabelle 3.11 zeigt in der letzten Spalte das Verhältnis der Intensitäten von „Seitenpeaks“ und „Hauptpeak“. Daher kann auf eine Korrektur des Einflusses der „Seitenpeaks“ verzichtet werden, die bei anderen Anwendungen erforderlich ist [Berger 1999c], in denen elektrostatische Spektrometer mit deutlich größeren Blenden und geringerem Elektrodenabstand verwendet werden, wie z. B. beim Rau-Spektrometer (Kap. 3.5 und 4.4).

Die gezeigten Transmissionscharakteristika des Spektrometers hängen wesentlich von der Apertur und der Fokussierung des einfallenden Strahls ab. Wie bereits in Kap. 3.4.3 erwähnt, wird der Strahl für die Charakterisierungsmessungen auf einen Punkt 10 cm vor der Eintrittsblende fokussiert (Abb. 3.13) und die Apertur des Strahls so groß gewählt, daß die Eintrittsblende stets homogen ausgeleuchtet ist. Dies entspricht den Bedingungen, die bei den späteren Messungen der Streuverteilungen herrschen.

Blenden	$\Delta E$ bei 20 keV in eV	$\Delta E/E$ in %	rel. Trans-mission	typ. Ver-hältnis Seiten-zu Haupt-peaks
ohne	ca. 1000	5	1	1:100
700 $\mu\text{m}$ -Doppel-	110	0,55	1,5	1:1000
310 $\mu\text{m}$ -Einzel-	62	0,31	6	
310 $\mu\text{m}$ -Doppel-	34	0,17	19	1:3000
130 $\mu\text{m}$ -Einzel-	22	0,11	33	1:10000

**Tab. 3.1:** Einfluß der Blenden auf die Transmissionscharakteristik des sphärischen Spektrometers; die relative Transmission ist ein Maß für die notwendige Intensität des Primärelektronenstrahls, um im Detektor nach dem Spektrometer dasselbe Signal auszulösen.

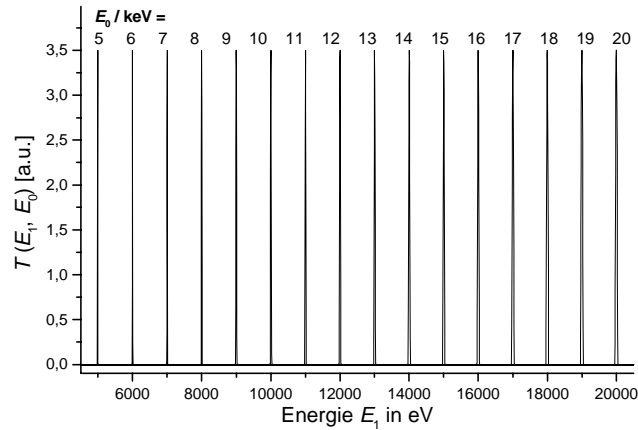


**Abb. 3.19:** Gaußfit der Transmissionscharakteristik bei verschiedenen Blenden

### 3.4.5 Messungen von Energieauflösung und -abhängigkeit

Nachdem gezeigt werden konnte, daß die „Seitenpeaks“ der Transmissionscharakteristik bei der Korrektur der Meßergebnisse mit gutem Recht vernachlässigt werden können, stellt sich nun die Frage nach einer einfachen Funktion, die die Form des „Hauptpeaks“ beschreibt.

Der „Hauptpeak“ der Transmissionscharakteristik läßt sich um so besser durch eine Gaußfunktion fitten, je kleiner die Blendendurchmesser sind, Abb. 3.19. Die Halbwertsbreiten der Gaußfunktionen werden als Energieauflösung angegeben, Tabelle 3.1, Spalten 2 und 3. Die beste nachgewiesene Energieauflösung des sphärischen Spektrometers beträgt 0,11% bei 130  $\mu\text{m}$ -Blenden. Für die in Kapitel 4 wiedergegebenen Messungen wurden jedoch stets 700  $\mu\text{m}$ -Blenden, entsprechend 0,55% Energieauflösung, verwendet, um ein größeres Signal zu erhalten.

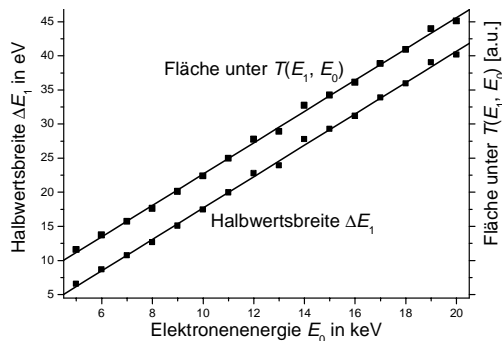


**Abb. 3.20:** Messung des Einflusses der Elektronenenergie  $E_0$  auf die Transmissionscharakteristik des sphärischen Spektrometers, alle Messungen sind auf einen Strahlstrom von 750 fA normiert, Spektrometer mit 310  $\mu\text{m}$  Blenden

Diese gefitteten Gaußfunktionen sind von Interesse für den Vergleich von Messungen mit den Ergebnissen von Monte-Carlo-Simulationen, die dann mit einer Gaußfunktion gefaltet werden, um die Antwortfunktion des Spektrometers zu berücksichtigen. Dazu ist jedoch noch die Abhängigkeit der Form der Transmissionscharakteristik von der Primärenergie  $E_0$  zu untersuchen. Die in Abb. 3.20 dargestellten Messungen für 16 Werte von  $E_0$  wurden auf denselben Strahlstrom von 750 fA skaliert. Es zeigt sich, daß die maximale Transmission durch das Spektrometer nicht von der Energie der Elektronen abhängt (dieses Ergebnis ergibt sich nur bei der Verwendung eines energieunabhängigen Detektors [Berger 1999c]). Für die Meßdatenanalyse nach Gl. (3.4) ist nun die Fläche der Transmissionscharakteristika

$$\int_0^\infty T(E_1, E) dE \quad (3.9)$$

bei verschiedenen  $E_0$  zu betrachten, Abb. 3.21, die direkt aus den Anpassungen von Gaußfunktionen an die Transmissionscharakteristika erhalten wird. Es zeigt sich eine exakte



**Abb. 3.21:** Halbwertsbreite und Fläche der Transmissionscharakteristika als Funktion der Elektronenenergie  $E_0$

Linearität des Integrals (3.9) von der Elektronenenergie  $E_0$ . Abb. 3.21 zeigt außerdem die Halbwertsbreiten der angepaßten Gaußfunktionen, die natürlich ebenfalls linear von  $E_0$  abhängen. Mit dem nun gewonnenen Ergebnis ist der Vergleich von gemessenen mit berechneten Spektren relativ einfach: jene müssen mit Gaußfunktionen gefaltet werden, deren Fläche und Breite linear von der Energie abhängen.

### 3.4.6 Spektrometerfaktor

Elektrostatische Spektrometer werden häufig mittels des Spektrometerfaktors  $k$  charakterisiert, dem Verhältnis aus der Beschleunigungsspannung  $U_0$  der Elektronen, die das Spektrometer „mittig“ passieren und der dabei eingestellten Ablenkhochspannung  $U = |U_1| + |U_2|$ :

$$k = \frac{U_0}{U}. \quad (3.10)$$

Aus den Transmissionscharakteristika Abb. 3.20 und der Messung der Ablenkhochspannung (Voltmeter 149-02 der Firma brandenburg, 1 V Auflösung) ergibt sich experimentell:

$$k = 2,362 \pm 0,003. \quad (3.11)$$

Nach Gl. (3.1) gilt andererseits für sphärische Spektrometer mit den Daten aus Abb. 3.8:

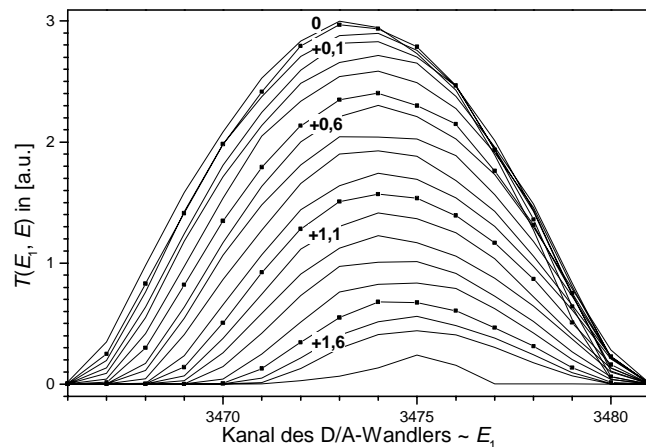
$$k = \left( \frac{R_2}{R_1} - \frac{R_1}{R_2} \right)^{-1} = 2,25 \pm 0,01. \quad (3.12)$$

Da die beiden Spannungen aus (3.10) mit demselben Gerät gemessen wurden, sind die Abweichungen zwischen (3.11) und (3.12) wahrscheinlich durch mechanische Ungenauigkeiten des Spektrometers bzw. ungenaue Angaben der Radien verursacht. Das spielt jedoch keine Rolle, da der Spektrometerfaktor nur für die Auswahl der Hochspannungsnetzgeräte erforderlich ist. Dazu kann Formel (3.12) gut verwendet werden.

### 3.4.7 Lage- und Winkelakzeptanz

Für die Anwendung des sphärischen Spektrometers in der Streuapparatur sind ferner Lage- und Winkelakzeptanz von Interesse, die ebenfalls in der Apparatur nach Abb. 3.13 mit dem Spektrometernaufbau Abb. 3.14 gemessen wurden. In Abb. 3.22 ist beispielhaft eine Messung der Lageakzeptanz des Spektrometers zu sehen. Der Elektronenstrahl fällt senkrecht auf die Eintrittsblende, das Spektrometer wird in paralleler Lage zur optischen Achse der einfallenden Elektronen in Y-Richtung (Koordinatenkreuz in Abb. 3.8) verschoben und an jeder Position wird die Transmissionscharakteristik aufgenommen. Die Strahlapertur ist so groß, daß

seine Intensität dabei nahezu konstant bleibt. Abb. 3.22 zeigt einen „Y-Scan“; die dazu senkrechte Strahlverschiebung wird im folgenden als „X-Scan“ bezeichnet. Bei einem „Neigungsscan“ schließlich wird das Spektrometer um die Eintrittsblende geschwenkt.



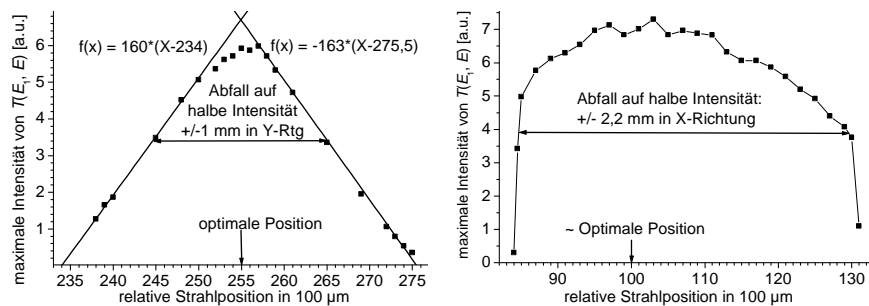
**Abb. 3.22:** Transmissionscharakteristika bei Verschiebung („Y-Scan“) des Strahls über die Eintrittsblende, jede Kurve entspricht einer Verschiebung um 100 µm,  $E_0=20$  keV 310 µm-Blenden

### Lageakzeptanz

Wird das Spektrometer in der Ebene senkrecht zur Elektronenbahn im Spektrometer verschoben (Y-Scan), dann ändert sich die Intensität der Transmissionscharakteristika näherungsweise linear und symmetrisch um die optimale Position (Abb. 3.23). Die maximale Intensität ist auf 50% abgefallen, sobald das Spektrometer um  $\pm 1$  mm verschoben wird. Die Lage der Spektren auf der Energieachse ändert sich hingegen kaum, Abb. 3.22. Wird das Spektrometer in der Ebene der Elektronenbahn verschoben (X-Scan), dann ergibt sich die in Abb. 3.24 dargestellte Situation: Die maximale Intensität der Spektren ist nun nicht linear mit der Verschiebung und auch nicht symmetrisch um die optimale Position. Ferner ist die Lageakzeptanz mehr als doppelt so groß wie beim Y-Scan. Diese Eigenschaften des X-Scans ist dadurch bedingt, daß der Strahl von der inneren zur äußeren Elektrode verschoben wird und sich der mittlere Radius der abgelenkten Elektronenbahn verändert. Daher verschieben sich beim X-Scan die Transmissionscharakteristika auch auf der Energieachse (anders als beim Y-Scan!), und zwar um 15 eV pro mm, und ihre Breite ändert sich. Als „optimale Position“ wird beim X-Scan die Stelle bezeichnet, bei der die Halbwertsbreite der Transmissionscharakteristika maximal ist, dann wird der Strahl mittig durch die Doppelblenden verlaufen und nicht abgeschnitten.

Sowohl beim X- als auch beim Y-Scan sind die beobachteten Effekte nahezu unabhängig von der Wahl der Blenden am Spektrometer. Dies liegt an den fokussierenden Eigenschaften des Spektrometers und der großen Strahlapertur.





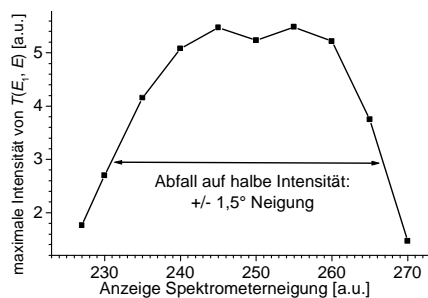
**Abb. 3.23 (links) und 3.24 (rechts):** Maximale Intensität der Transmissionscharakteristika beim Y-Scan (links) und beim X-Scan (rechts) des Spektrometers,  $E_0=20$  keV,  $130 \mu\text{m}$ -Blenden

### Winkelakzeptanz

Die Messung der Winkelakzeptanz gestaltet sich schwierig, da der Probenhalter, auf dem das Spektrometer montiert ist, nur die Kippung in einer Ebene zulässt, und zwar der Ebene der Y-Scans. Versuchen, den Strahlkopf (bei abgeschalteten Zwischenlinsen) anstelle des Spektrometers zu neigen, konnte nicht weiter nachgegangen werden, da sich hier deutlich andere Winkelakzeptanzen zeigten. Dies liegt eindeutig an der veränderten Strahlapertur beim Abschalten der Linsen.

Abb. 3.25 zeigt den Einfluß der Spektrometerneigung auf die Maxima der Transmissionscharakteristika. Auf einem Bereich von ungefähr  $\pm 1^\circ$  ändert sich die Intensität sehr wenig und erst bei einer Neigung des Spektrometers um  $\pm 1,5^\circ$  halbiert sich die Intensität, was als Winkelakzeptanz des Spektrometers angegeben wird.

Mit den Messungen der Lage- und Winkelakzeptanz konnte gezeigt werden, daß das sphärische Spektrometer bedenkenlos in der Streuapparatur (Kap. 3.1) verwendet werden kann. Einerseits ist die betrachtete Akzeptanz groß genug, um eventuelle mechanische Ungenauigkeiten beim Einbau des Spektrometers auf dem Detektorarm zu tolerieren, andererseits ist die Akzeptanz gering genug, um Winkelverteilungen aufzunehmen.



**Abb. 3.25:** Maximale Intensität der Transmissionscharakteristika beim Neigen des Spektrometers,  $E_0=20$  keV,  $700 \mu\text{m}$ -Blenden; 10 Einheiten der Neigungsskala entsprechen ca.  $1^\circ$

### 3.5 Die toroidalen Spektrometer (Rau-Spektrometer)

Die grundlegende Idee des toroidalen Spektrometers (im folgenden **Rau-Spektrometer** genannt) nach E. I. Rau [Aristov 1995] ist es, in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) rückgestreute Elektronen energieselektiv zu detektieren. Dafür soll ein kompaktes Spektrometer verwendet werden, das nachträglich in ein kommerzielles REM eingebaut werden kann, und zwar direkt unter dem Polschuh, ohne die abbildenden Eigenschaften zu stören. Andererseits soll das Spektrometer eine hohe Energieauflösung und eine hohe Empfindlichkeit aufweisen. Letztere Eigenschaft ist insbesondere wünschenswert, da zu hohe Strahlströme die Probe schädigen. Sie ist mit einem um den Primärelektronenstrahl rotationssymmetrischen Spektrometer erreichbar (sofern nur ebene, nicht geneigte Proben untersucht werden sollen). Aus praktischen Gründen empfiehlt sich ein elektrostatisches Spektrometer, so daß sich mit diesen Bedingungen ein Spektrometer mit toroidalen Ablenk-electroden ergibt.

Einen Toroid stelle man sich als Rettungsring vor, Abb. 3.26. Beim Rau-Spektrometer treten die Elektronen von oben durch die toroidalen Ablenkelektroden und werden dann an der Probe gestreut. Die unter einem bestimmten Winkel rückgestreuten Elektronen treten in das Spektrometer ein, passieren es auf der „polaren“ Bahn B und werden schließlich mit einem ringförmigen Detektor aufgefangen. Andere Anwendungen nutzen auch die „azimutale“ Bahn A im toroidalen Spektrometer.

Der Vorteil der energieselektiven Detektion von Rückstreuungselektronen besteht in der Schichtdickenbestimmung von dünnen Deckschichten auf massiven Proben [Iafate 1976] und - insbesondere beim Einsatz im REM - in der tiefenselektiven Abbildung von verdeckten Schichten in mehrschichtigen Proben [Rau 1988, Dreomova 1993, Niedrig 1998]. Bei der ersten Methode wird ausgenutzt, daß die Rückstreuungsspektren von massiven Proben geändert werden, sofern sich auf der Oberfläche Deckschichten mit einer anderen Ordnungszahl Z

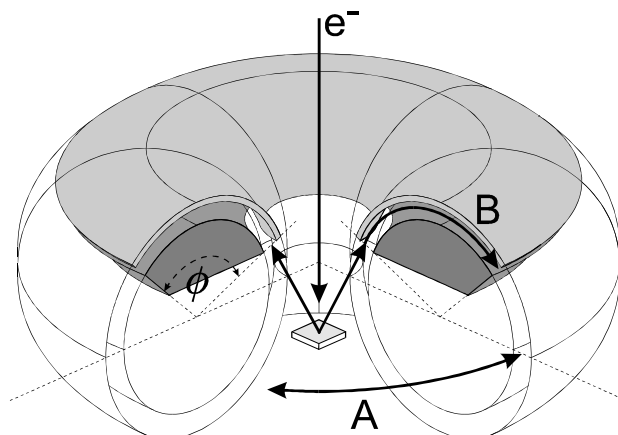


Abb. 3.26: Schematische Ansicht des toroidalen Spektrometers

befinden. Dabei muß die Deckschicht dünner als die halbe Reichweite der Elektronen in dem betreffenden Material bei der betreffenden Primärelektronenenergie sein.

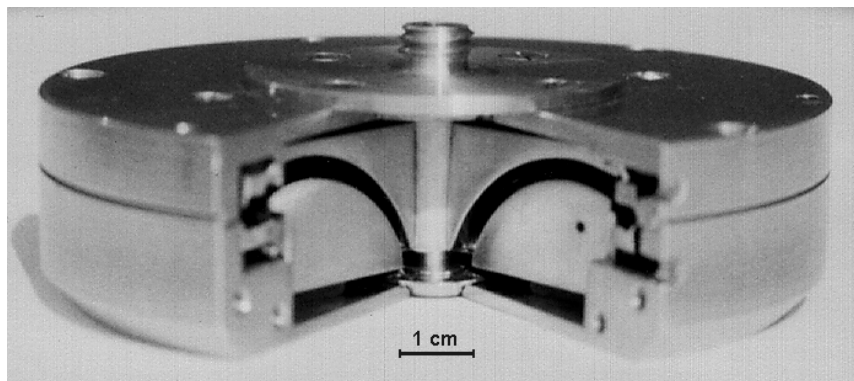
Bei der zweiten Methode wird ausgenutzt, daß der wahrscheinlichste Energieverlust der in einer Probe gestreuten Elektronen eine Funktion der Eindringtiefe der Elektronen ist (s. Abb. 2.9). Damit enthält die Energieverteilung der rückgetreuten Elektronen auch die Information über die Tiefe, aus der die Elektronen stammen [Niedrig 1998]. Tiefenselektive Bilder einer Mehrschichtprobe erhält man im REM aus der Analyse von Rasterbildern mit unterschiedlichen Energiefenstern, die am Rau-Spektrometer eingestellt werden.

Ein entsprechendes toroidales Spektrometer wurde zuerst von Prof. Rau [Aristov 1995] entworfen und realisiert, dessen Größe und Aufbau für das REM JSM-35CF der Firma JEOL optimiert ist. Im Rahmen einer mehrjährigen, von der Volkswagenstiftung unterstützten Kooperation stand ein gleichartiges Spektrometer (im folgenden **Moskauer Rau-Spektrometer** genannt) für Messungen in der Arbeitsgruppe von Prof. Niedrig zur Verfügung. Ferner wurde zu gleichen Teilen von Dipl. Phys. F. Schlichting und dem Verfasser ein ähnliches Spektrometer, optimiert für das REM DSM 950 der Firma Zeiss (LEO), aufgebaut (im folgenden **Berliner Rau-Spektrometer** genannt).

### 3.5.1 Konstruktionsprinzip und Herstellung der Rau-Spektrometer

#### Moskauer Rau-Spektrometer

Das Moskauer Rau-Spektrometer ist mit einem Durchmesser von 100 mm und einer Höhe von 25 mm das kompaktere Modell (Tabelle 3.2), das deswegen nur einen Sektorwinkel von 90° aufweist, Abb. 3.27. Die gesamte Geometrie [Rau 1996, Niedrig 1998] ist so berechnet,



**Abb. 3.27:** Foto eines aufgeschnittenen Moskauer Rau-Spektrometers: Elektronen gelangen durch die Bohrung in der Mitte des Spektrometers auf die Probe unterhalb des Spektrometers, werden rückgestreut und gelangen durch die Ring-Eintrittsblende (zwischen kegelförmiger Mutter und unterer Gehäusewand) zwischen die beiden toroidalen Ablenkelektroden; das Feld wird nach außen durch Herzogelektroden und die Austrittsspaltblende abgeschlossen; bei diesem Modell wird ein ringförmiger Halbleiter als Elektronendetektor verwendet, der sich ungefähr in Höhe der außen sichtbaren Nut befindet; Material: Al

daß der Elektronenstrahl von der Probe auf die Austrittsspaltblende fokussiert wird. Als Detektor wird entweder ein Ring aus 20 Halbleitern oder ein ringförmiger Szintillator mit angeflanschem Photomultiplier verwendet. Zu dem Spektrometer wurde in der Arbeitsgruppe von Prof. Rau auch eine komplette, computergesteuerte Ansteuer- und Meßelektronik erstellt, die das Detektorsignal - entgegen allen anderen Messungen dieser Arbeit - analog aufzeichnet („Strom-Mode“), so daß die Detektorfunktion  $D(E)$  (s. Gl. 3.4) linear von der Energie abhängt. Mit dieser Elektronik wurden alle Messungen mit dem Moskauer Rau-Spektrometer und die Charakterisierungsmessungen des Berliner Rau-Spektrometers vorgenommen.

	Berliner Rau-Spektrometer	Moskauer Rau-Spektrometer
Sektorwinkel	115°	90°
Radius der Elektronenbahn	$R = 22 \text{ mm}$	$R = 17 \text{ mm}$
Abstand der Ablenkelektroden	$\Delta r = 2 \text{ mm}$	$\Delta r = 2 \text{ mm}$
Abstand Probe-Eintrittsspaltblende	10,8 mm	8 mm
Spektrometergröße mit Gehäuse	$\varnothing 125 \text{ mm} \times \text{ca. } 30 \text{ mm}$	$\varnothing 100 \text{ mm} \times \text{ca. } 25 \text{ mm}$
Energieauflösung nach (3.13) (Eintrittsspaltblende $w = 1 \text{ mm}$ )	2,4%	4,5%
Energieauflösung gemessen (Eintrittsspaltblende $w = 1 \text{ mm}$ )	4,2%	8%
Energieauflösung gemessen (Ein-/Austrittsspaltblende $w = 0,2 \text{ mm}$ )	-	2,4%
$E_1/e\Delta V$ nach Gl. (3.14)	5,5	4,3
$E_1/e\Delta V$ gemessen	6,2	4,8

**Tabelle 3.2:** Wichtige Maße der Rau-Spektrometer

### Berliner Rau-Spektrometer

Das Berliner Rau-Spektrometer arbeitet nach demselben Prinzip und wurde für den Einsatz in einem DSM 950 Rasterelektronenmikroskop der Firma Zeiss optimiert. Die verwirklichte Konstruktion stellt einen Kompromiß der folgenden Kriterien dar:

- Der Ablenkwinkel  $\phi$  des Torus soll möglichst groß sein, damit die Energieauflösung (Näherung sphärisches Spektrometer [Comstock])

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{w}{R(1 - \cos \phi) + L \sin \phi} \quad (3.13)$$

möglichst gut ist ( $R$ : Radius des Ablenkfeldes,  $w$ : Durchmesser der Ein- und Austrittsblenden im Abstand  $L$  zum Ablenkfeld).

- Die toroidalen Ablenkelektroden sollen sich komplett in einem Metallgehäuse befinden, um einen robusten Detektor zu erhalten und um Streufelder so gering wie möglich zu halten.
- Die Gesamthöhe des Spektrometers soll so klein wie möglich sein, damit der Arbeitsabstand des REM nicht unnötig vergrößert wird.

- Die Primärelektronen des REM müssen das Spektrometer zunächst auf dem Weg zur Probe unbeeinflusst passieren. Auch darf die Rastermöglichkeit in einem möglichst großen Bildfeld nicht verloren gehen. Diese Vorgabe begrenzt die kleinste Größe der Ring-Eintrittsspaltblende.
- Die Elektronen, die das Ablenkkfeld passiert haben, sollen von einem ringförmigen Szintillator mit nachgeschaltetem Photomultiplier, der außerhalb des REM sitzt, detektiert werden.
- Der Abstand  $\Delta r$  der Elektroden muß hinreichend klein sein, damit die Ablenkspannung  $\Delta V$  nicht zu groß sein muß. Nach [Berger 1999c] gilt für die vom Spektrometer durchgelassene Elektronenenergie  $E_1$  näherungsweise:

$$E_1 \approx e \frac{R}{2\Delta r} \Delta V \quad (3.14)$$

Andererseits müssen Überschlüge zwischen den Elektroden vermieden werden.

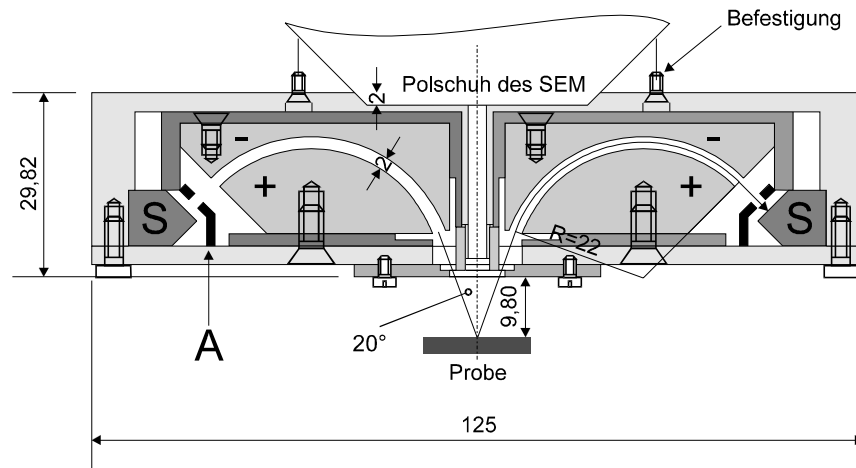
Tabelle 3.2 zeigt die aus obigen Kompromissen entstandenen Maße des realisierten Spektrometers und Abb. 3.28 zeigt den Schnitt durch das Spektrometer. In [Schlichting 2000] sind Fotos des zerlegten und des im Zeiss-REM DSM 950 eingebauten Spektrometers zu finden. Eine weitere Bedingung an die Konstruktion ist, daß das komplette Spektrometer zerlegt und wieder montiert werden kann, ohne daß dabei die Justierung verloren geht. Daher sind alle wesentlichen Teile als Drehteile ausgestaltet, die alle auf eine gemeinsame Achse aufgesteckt sind. Diese Achse ist gleichzeitig durchbohrt, um die Primärelektronen des REM passieren zu lassen (Abb. 3.28). Die toroidalen Ablenkelektroden entstanden auf einer CNC-Fräsmaschine in der Mechanischen Werkstatt des Optischen Instituts der TU Berlin aus temperaturstabilem Aluminium. Die Radien der Toroide wurden anschließend vermessen und sind auf 0,1 mm genau. Diese mechanischen Herstellungsfehler verschlechtern die Energieauflösung. Nach Rechnungen von Wannberg [Wannberg 1985] für ein sphärisches Spektrometer läßt sich der Einfluß nach oben abschätzen:

$$\frac{\Delta E}{E} \sim (0.05 \dots 0.2) \Delta s / \Delta r \quad (3.15)$$

wobei  $\Delta s$  sowohl der Fehler des Radius des Ablenkkfeldes als auch der Fehler der Elektroden zueinander sein kann. In unserer Konstruktion könnten die vier Radien der Toroide sowie der Abstand der Elektroden abweichen. Das ergibt eine maximale Verschlechterung der Energieauflösung um:  $(0.05 \dots 0.2) \cdot 0.5 \text{ mm} / 2 \text{ mm} = 1 \dots 5\%$ . In Tabelle 3.2 sind die erwarteten und gemessenen Energieauflösungen eingetragen: Offensichtlich verschlechtern die Herstellungsfehler unseres Spektrometers die Energieauflösung von 2,4% auf 4,2%.

Die Detektion erfolgt durch einen ringförmigen Szintillator (s. Bauteil A in Abb. 3.28), der an einer Stelle trichterförmig aus dem Gehäuse austritt und in einen runden Lichtwellenleiter mit 9 mm Durchmesser übergeht. Der Lichtwellenleiter wird aus der Vakuumkammer heraus zu einem Photomultiplier (H5784-03 der Firma Hamamatsu) geführt, dessen spektrale Empfindlichkeit auf den Szintillator abgestimmt ist. Weitere Entscheidungskriterien für die-

sen Photomultiplier waren der eingebaute Vorverstärker, die Bandbreite von 20 kHz und die hohe Empfindlichkeit. Die Meßelektronik zur Zählung von Pulsen ist analog zu der der Streuapparatur von T. Wittich (s. Kap. 3.1) aufgebaut.



**Abb. 3.28:** Schnitt und Maße des Berliner Rau-Spektrometers, A: Austrittsspaltblende (Ringschlitz), S: Ring-Szintillator

### 3.5.2 Meßplätze zur Charakterisierung der Rau-Spektrometer

Die Charakterisierung mittels Messung der Transmissionscharakteristik folgt dem Vorgehen in Kapitel 3.4 und [Berger1999c]. Um einen monoenergetischen Strahl, den direkten Strahl eines REM, in das Spektrometer leiten zu können, wird es vom Polschuh des REM (Abb. 3.28) gelöst und um  $160^\circ$  gedreht auf den Probenstisch des REM montiert. Nun gelangt der Primärstrahl an einer azimuthalen Stelle des Toroids in das Spektrometer (s. Aufbau in [Berger 1999c]). Der Strahl des REM wird nun wiederum auf den „Arbeitspunkt“ der Spektrometer fokussiert, für das Berliner Rau-Spektrometer z. B. 10 mm vor der Eintrittsspaltblende. Im REM läßt sich das ganz einfach dadurch realisieren, daß ein Draht gebogen und im Abstand von 10 mm vor der Eintrittsspaltblende befestigt wird. Auf diesen Draht wird das REM fokussiert. Dabei wird eine hinreichend große Strahlapertur gewählt, so daß die Eintrittsspaltblende auf der vollen Breite homogen ausgeleuchtet ist.

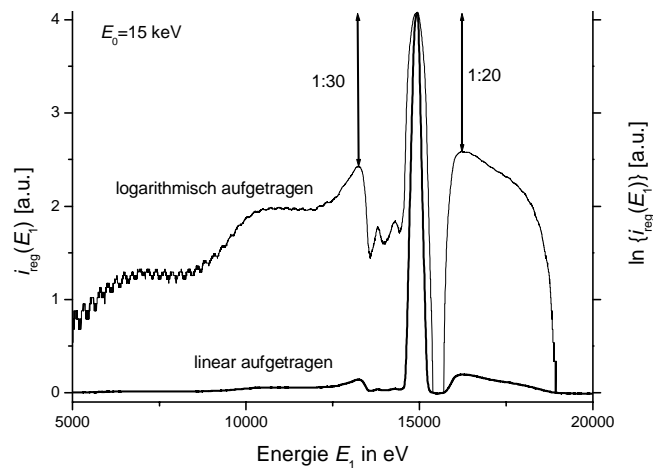
Die Charakterisierung des Moskauer Rau-Spektrometers erfolgte im Rahmen der Kooperation zusammen mit M. Filippov im November 1998 am Berliner DSM 950. Für das Berliner Rau-Spektrometer ist die Wechselwirkungskammer des DSM 950 jedoch zu klein, um es um  $160^\circ$  gedreht einzubauen. Daher erfolgte die Charakterisierung des Berliner Rau-Spektrometers in Moskau in der Arbeitsgruppe von Prof. Rau an dem dortigen REM CS44 der Firma CamScan, das eine deutlich größere Probenkammer ( $30 \times 30 \times 40 \text{ cm}^3$ ) besitzt. Wäh-

rend eines Forschungsaufenthalts des Verfassers im April 1998 wurde der Meßplatz zusammen mit M. Filippov aufgebaut und die Charakterisierungsmessungen aufgenommen. Die Messungen am Berliner Rau-Spektrometer mit eingesetzter Austrittsspaltblende erfolgten im Rahmen der Kooperation durch F. Schlichting und M. Filippov im Juni 1998 an demselben Meßplatz.

### 3.5.3 Transmissionscharakteristik des Moskauer Rau-Spektrometers

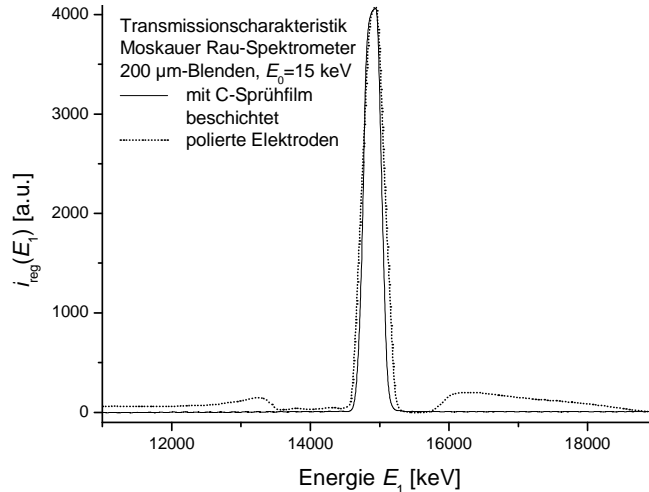
Abb. 3.29 zeigt die Transmissionscharakteristik für  $E_0=15$  keV mit 200  $\mu\text{m}$ -Schlitzen an Ein- und Ausgang. Kleinere Schlitzweiten sind an diesem Spektrometer nur schwer zu realisieren und reduzieren die Intensität zu stark. Ferner ist die Transmissionscharakteristik in Abb. 3.29 für den Vergleich mit dem sphärischen Spektrometer (Abb. 3.15) logarithmisch aufgetragen. Der verhältnismäßig höhere Untergrund beim toroidalen Spektrometer ist auf den deutlich geringeren Elektrodenabstand von 2 mm statt 8 mm beim sphärischen Spektrometer zurückzuführen. Außerdem wirkt sich beim sphärischen Spektrometer die doppelte Fokussierung positiv aus, während das toroidale Spektrometer nur in der polaren Ebene fokussiert. In den „Seitenpeaks“ (Abb. 3.29) befinden sich immerhin 30% der gesamten Elektronen, was einen erheblichen Einfluß auf die Form von Rückstreuungsspektren hat (Kap. 4.4.2).

In Kap. 3.4 wurde bereits vermutet, daß die „Seitenpeaks“ durch an den Elektroden rückgestreute Elektronen verursacht werden. Dieses konnte am Rau-Spektrometer [Berger 1999c] bestätigt werden, Abb. 3.30. Die „Seitenpeaks“ verschwinden nahezu restlos, sobald die Ablenkelektroden mit einem Kohlenstoff-Sprühfilm überzogen werden. Hierfür ist nicht die niedrigere Ordnungszahl der Oberflächenatome verantwortlich, da die Elektronen unter streifendem Einfall auf die Elektroden treffen. Bei streifendem Einfall ist jedoch die Rück-



**Abb. 3.29:** Transmissionscharakteristik des toroidalen Moskauer Rau-Spektrometers mit 200- $\mu\text{m}$ -Schlitzen; Fokussierung auf den „Arbeitspunkt“ (vgl. Abb. 3.13)

streurate nahezu unabhängig vom Material, wie Messungen der Rückstreuverteilungen ergeben haben [Berger 1996b]. Für das Verschwinden der „Seitenpeaks“ kann vielmehr nur die Rauigkeit der Oberfläche verantwortlich sein. Offensichtlich stört die Oberflächenrauigkeit die Potentialverteilung zwischen den Ablenkelektroden nur unwesentlich; andere Autoren verwenden erfolgreich sogar geriffelte Elektroden [Froitzheim 1975] oder gebogene Drahtgitter [Reimer 1978]. Diese Methoden scheinen gegenüber der begrenzt haltbaren Kohlenstoffbeschichtung vorzuziehen zu sein.



**Abb. 3.30:** Einfluß der Oberflächenrauigkeit der Ablenkelektroden auf die „Seitenpeaks“, Fokussierung auf den „Arbeitspunkt“ (vgl. Abb. 3.13), aus [Berger 1999c]

### Energieauflösung

Wird das Moskauer Rau-Spektrometer ohne Ein- und Austrittsspaltblenden verwendet, dann begrenzen nur die Ablenkelektroden selbst den Strahl. In diesem Fall beträgt die Energieauflösung ca. 8%. Diese läßt sich auf ca. 3% bei 0,5-mm-Schlitzen und ca. 2,4% bei 200  $\mu\text{m}$  breiten Schlitzen verbessern [Berger 1999c]. Wird der Elektronenstrahl auf die Ebene des Eintritts fokussiert, ergibt sich die beste gemessene Auflösung von 1%.

Die weitere Charakterisierung des Moskauer Rau-Spektrometers ist Gegenstand zweier Veröffentlichungen [Berger 1998b, 1999c]. Dort wird insbesondere gezeigt, daß sowohl die Fläche unter der Transmissionscharakteristik  $T(E_i, E)$  (also die Zahl der durchgelassenen Elektronen) als auch die Energieauflösung linear von der Elektronenenergie  $E_i$  abhängen. Dabei muß beachtet werden, daß die Antwortfunktion des Detektors  $D(E_i)$  beim Moskauer Rau-Spektrometer (aufgrund der dortigen Meßelektronik) von der Energie  $E_i$  und einem Schwellwert  $E_{th}$  abhängt (s. Kap. 3.5.1). Gleichung (3.6) vereinfacht sich dann zu:



$$N(E_1) = \frac{i_{\text{reg}}(E_1)}{(E_1 - E_{\text{th}}) \cdot E_1}. \quad (3.16)$$

Der Schwellwert ist entweder durch den Halbleiterdetektor oder durch die Aluminiumschicht auf dem Szintillator (gegen Aufladungen) gegeben. Typische Werte liegen zwischen 0,5 und 1 keV. Nach den Voraussetzungen von Gleichung (3.6) gilt auch (3.15) nur für das Rau-Spektrometer mit eliminierten „Seitenpeaks“.

#### Anmerkung:

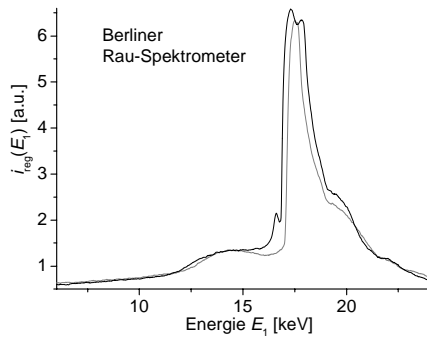
Für das Moskauer Rau-Spektrometer standen sowohl ein ringförmiger Szintillatordetektor als auch ein in Moskau hergestellter ringförmiger Halbleiterdetektor (Eigenbau Prof. Rau, Moskau) zur Verfügung. Zu letzterem können keine weiteren Angaben gemacht werden, jedoch eignete sich dieser insbesondere für die Aufnahme von Spektren. Der Szintillator liefert nur ein sehr kleines Signal, da offensichtlich nur der Bereich in der Nähe des Übergangs zum Photomultiplier zum Meßsignal beiträgt. Bereits von den Photonen, die auf dem Ring 50° zurücklegen müssen, erreichen nur weniger als 1% den Photomultiplier, wie separate Messungen gezeigt haben. Damit ist die ursprüngliche Idee, die Empfindlichkeit durch die rotationssymmetrische Geometrie des Spektrometers zu steigern (s. Kap. 3.5), noch nicht zufriedenstellend umgesetzt. Eine Verbesserung ist absehbar, sobald mehrere Photomultiplier verwendet werden.

### 3.5.4 Transmissionscharakteristik des Berliner Rau-Spektrometers

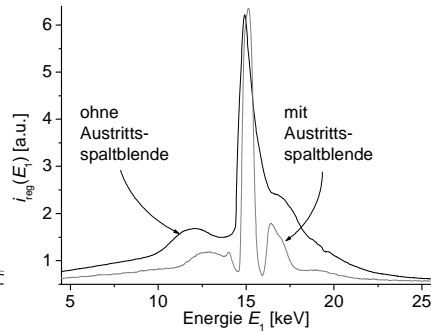
Bei der Konstruktion des Berliner Rau-Spektrometers wurden die fokussierenden Eigenschaften zugunsten eines größeren Sektorwinkels und eines größeren Ablenkradius (s. Tabelle 3.2) vernachlässigt. Daher ist die Energieauflösung bei vergleichbaren Ein- bzw. Austrittsspaltweiten beim Berliner Modell besser. Jedoch erfordert der Mangel an Fokussierung Kompromisse bei der Form der Transmissionscharakteristik. Abb. 3.31 zeigt, daß im Spektrometer sehr viele Bahnen möglich sind; die beiden gezeigten Transmissionscharakteristika unterscheiden sich lediglich durch eine leichte Verkipfung des Spektrometers.

Eine deutliche Reduzierung der „Seitenpeaks“ der Transmissionscharakteristik ergibt sich wiederum durch das Einfügen von Schlitzen (Abb. 3.32), wobei hier bei gleichbleibender Eintrittsspaltblende die Austrittsspaltblende direkt vor den Szintillator (Abb. 3.28) gesetzt wird. Die Energieauflösung ändert sich durch den 1 mm breiten Schlitz kaum, jedoch erreichen nicht mehr alle der im Spektrometer gestreuten Elektronen den Szintillator. Daher sind die „Seitenpeaks“ deutlich reduziert und klarer vom Hauptpeak getrennt (Abb. 3.32).

In diesem Sinne ist die Austrittsblende in elektrostatischen Spektrometern wichtiger als die Eintrittsblende: selbst wenn beide (bei gleicher Breite) denselben Einfluß auf die Elektronenoptik haben, kann nur die Austrittsblende die an Spektrometerteilen gestreuten Elektronen ausfiltern.



**Abb. 3.31:** Transmissionscharakteristik des Berliner Rau-Spektrometers bei einer Verkippung um  $2^\circ$ : deutliche Änderung der Spektralform

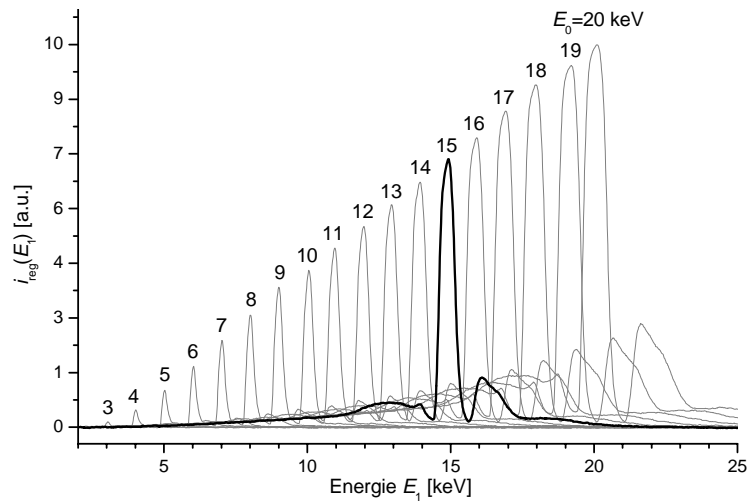


**Abb. 3.32:** Einfluß der 1 mm-Austrittsspaltblende auf die Transmissionscharakteristik: deutliche Reduzierung des Untergrundes bei ähnlicher Energieauflösung

Für die Auswertung von Rückstreuenspektren nach Gl. (3.6) ist nun wiederum die Fläche unter den Transmissionscharakteristika in Abhängigkeit der Primärelektronenenergie von Interesse (Abb. 3.33). Bei diesem Spektrometer empfiehlt es sich, zwischen dem Hauptpeak und den „Seitenpeaks“ zu unterscheiden (Abb. 3.34). Während für den Hauptpeak eine quadratische Abhängigkeit gilt, gilt für die „Seitenpeaks“ eine kubische (Ein entsprechendes Resultat wurde in [Schlichting 2000] durch die alleinige Auswertung der Höhen der Peaks aus Abb. 3.33 erzielt). Offensichtlich kommt durch die Streuung der Elektronen an den Spektrometerelektroden eine zusätzliche Energieabhängigkeit zustande.

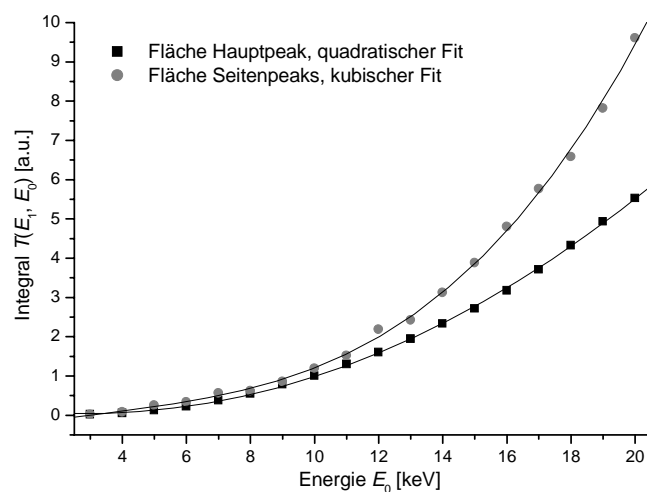
Dieses Ergebnis erlaubt eine weitere, allgemeine Aussage über die Elektronenrückstreuung: bei streifendem Einfall ist die Gesamtrückstreurate von Aluminium im Bereich 3-20 keV linear energieabhängig. Entsprechende Angaben in der Literatur sind für Elektreneinfall unter  $75^\circ$  im Bereich 1-10 keV bekannt [Fitting 1977]. Bei senkrechtem Elektreneinfall hingegen ist die Rückstreurate von Aluminium für Energien kleiner 5 keV antiproportional zur Energie und für größere Energien nahezu konstant [z. B. Drescher 1970].

Aus Abb. 3.34 läßt sich ferner ersehen, daß 50 bis 65% der in das Spektrometer eintretenden Elektronen an den Elektroden gestreut werden, während nur 35 bis 50% der Elektronen im Hauptpeak der Transmissionscharakteristik erscheinen. Daher scheint eine Auswertung gemessener Spektren nach Gleichung (3.6) nicht mehr sinnvoll. Dennoch lassen sich Messungen mit den Vorhersagen von Modellen und Simulationen vergleichen, wenn die modellierten Spektren mit der energieabhängigen Transmissionscharakteristik aus Abb. 3.33 gefaltet werden [Zaitsev 1999a]. Dabei muß aber nun auf die lineare Energieabhängigkeit des Hauptpeaks und die kubische des Untergrundes geachtet werden. Im Sinne einer einfacheren Auswertung der gemessenen Spektren ist es vermutlich vorteilhaft, die Elektroden aus Kupfer zu erstellen, da die Rückstreurate von Kupfer im hier interessierenden Energiebereich unabhängig von der Energie ist. Dann ist auch der Untergrund von an den Elektroden gestreuten Elektronen nur quadratisch energieabhängig.



**Abb. 3.33:** Energieabhängigkeit der Transmissionscharakteristik des toroidalen Berliner Rau-Spektrometers mit Austrittsspaltblende

Da das Berliner Rau-Spektrometer für weitere Aufgaben [Schlichting 2000] eingeplant war, blieb keine Gelegenheit mehr, analog zum Moskauer Rau-Spektrometer die „Seitenpeaks“ durch eine Aufrauung der Elektrodenoberflächen mittels Kohlenstoffbeschichtung zu reduzieren, so daß das Spektrometer im Rahmen dieser Arbeit im wesentlichen für die Schichtdickenbestimmung (Kap. 3.6.3) zur Anwendung kam.

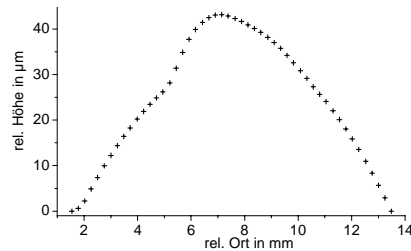


**Abb. 3.34:** Fläche unter der Transmissionscharakteristik aufgesplittet in Haupt- und Seitenpeaks

### 3.6 Probenpräparation

#### 3.6.1 Massive Metallproben

Aus hochreinen Metallfolien mit einer Dicke von 100  $\mu\text{m}$  wurden Kreise mit einem Durchmesser von ungefähr 10 mm ausgeschnitten und mit Epoxidharz (UHU Plus) auf einen Standard-Objekträger für Rasterelektronenmikroskope geklebt. Danach wurden die Oberflächen mit feinstem Sandpapier (Korn 1200) geschliffen und mechanisch poliert (Micropol MC 56, Technoorg-Linda Ltd. Co, Budapest, Ungarn), wobei die Korngröße der Polierpaste schrittweise auf  $\frac{1}{4} \mu\text{m}$  verringert wurde. Die verbleibenden Strukturen sind äußerst klein gegenüber der verwendeten Strahlgröße von 100  $\mu\text{m}$ . Abschließend werden die Proben im Ultraschallbad in 2-Propanol gereinigt und sofort in die Streuapparatur eingebaut.



**Abb. 3.35:** Messung der Wölbung der Oberflächen der massiven Proben mit einem Tencor FLX-2320; Messung: E. Pawlowski

Durch diese Oberflächenbehandlung entstehen gewölbte Oberflächen, deren Krümmungsradius in einem sogenannten „Thin film stress measurement instrument“ (Tencor FLX-2320) gemessen wurde: Die Probe wird entlang einer Achse verschoben, während ein Laserstrahl unter  $45^\circ$  zu dieser Achse an der Probenoberfläche reflektiert wird. Nun wird mittels einer Diodenreihe der Reflexionswinkel bezüglich der Achse gemessen. Unebenheiten und Neigungen der Probenoberfläche machen sich in einer Änderung der Reflexionsrichtung bemerkbar, was in die Oberflächenwölbung umgerechnet werden kann. Eine exemplarische Messung wird in Abb. 3.35 gezeigt.

Die Überhöhung der Probenmitte beträgt bis zu 50  $\mu\text{m}$ , entsprechend einer mittleren Oberflächenwölbung mit einem Radius größer 0,3 m. Bei der Messung der Winkelverteilungen beträgt der Strahldurchmesser auf der Probe, selbst wenn diese um  $80^\circ$  geneigt wird, weniger als 600  $\mu\text{m}$ . Innerhalb dieses Strahlflecks variiert die Höhe der Probe um weniger als 0,5  $\mu\text{m}$ . Daher ist die Oberflächenwölbung der Proben aufgrund der Politur ohne nennenswerten Einfluß auf die Winkelverteilungen.

#### 3.6.2 Herstellung dünner freitragender Metallschichten

Dünne freitragende Schichten mit Dicken zwischen 25 nm und 1000 nm wurden durch Verdampfung reinen Materials im Hochvakuum und Kondensation auf gespaltene Salzkristalle hergestellt. Dazu mußte eine bestehende kommerzielle Aufdampfanlage (Univex 300 der Firma Leybold-Heraeus) wieder in Betrieb gesetzt werden. Nach dem Zerlegen der komplet-

ten Anlage ließen sich die Einzelteile in einer Perlstrahlanlage (Sandstrahlanlage) reinigen. Außerdem wurde ein neuer dreh- und kühlbarer Targethalter konstruiert (s. Anhang C), der die folgenden Eigenschaften aufweist:

- Die Probe befindet sich in großer Entfernung zum Verdampfer (150 mm), wodurch homogene Schichten ermöglicht werden.
- Der Probenhalter ist dreh- und kühlbar.
- Zusätzlich kann der Probenhalter entweder über zwei nebeneinanderliegende thermische Verdampfer oder über einen Elektronenstrahlverdampfer geschwenkt werden. Ein thermischer Verdampfer nimmt das Verdampfungsmaterial auf, während der zweite zur Strahlungserwärmung des Schwingquarzes verwendet wird, damit dieser vor dem Aufdampfvorgang von der Wasserbedeckung befreit wird. Das hat einen wesentlichen Einfluß auf die Genauigkeit des Schwingquarzmeters (s. Kap 3.6.3).
- Der Probenhalter besitzt verschiedene, schnell wechselbare Einsätze z. B. zur Aufnahme von Netzen mit 2,3 bzw. 3,05 mm Durchmesser, Referenzgläsern oder Referenzfolien mit 10 x 10 mm<sup>2</sup> und 20x 25 mm<sup>2</sup>.
- Ein gekühlter Schwingquarz (Inficon XTM der Firma Leybold-Heraeus) zur Schichtdickenmessung befindet sich unabhängig vom Probenhalter in der festen Entfernung von 271 mm zum Verdampfer.
- Neben dem Probenhalter befindet sich eine Dreh-/Schiebedurchführung, mit einem Abschirmblech, das die Probe (nicht jedoch den Schwingquarz) abdecken kann.
- Der Verdampfer ist weitestgehend durch ein leicht zu reinigendes Edelstahlblech abgedeckt, um die Kontamination der Kammer so gering wie möglich zu halten.

Die Metallschichten werden auf zuvor gespaltene NaCl-Kristalle aufgedampft, die sich dann in Wasser lösen, so daß die freitragenden Schichten aufgefischt werden können. Zu deren Halterung dienen Standardpräparatehalter, die in der Mitte durchbohrt und von hinten freigedreht sind. Selbst von den 25 nm dicken Schichten lassen sich so ca. 2x2 mm<sup>2</sup> große Proben herstellen. Jedoch muß die Homogenität der Proben stets kontrolliert werden, da insbesondere die dünnsten Metallfilme Löcher und Falten aufweisen können. Nur ungefähr jede zehnte Probe ist brauchbar.

### 3.6.3 Schichtdickenbestimmung

Die Dicke der Aufdampfschichten wurde mit den folgenden Methoden untersucht:

- 1) Messung der verdampften Masse
- 2) Messung der Gewichtszunahme einer möglichst leichten Referenzfolie in der Probenebene
- 3) Angaben des Schwingquarzmeters

- 4) Interferenzmessungen (Tolansky-Verfahren) an einem stellenweise mitbedampften Glasträger
- 5) Messung der wellenlängenabhängigen Transmission eines mitbedampften Glasträgers
- 6) Messung von Rückstreuелектронenspektren mit Eichkurven aus [Schlichting 2000]

Im folgenden sollen die einzelnen Verfahren näher erläutert und die Meßgenauigkeiten abgeschätzt werden. Letztendlich wurde die mit den Referenzfolien bei 400 nm geeichte Schwingquarzmethode verwendet.

#### 1) Verdampfte Masse

Für eine 400 nm dicke Goldschicht müssen in der verwendeten Anlage ungefähr 2,2 g Gold verdampft werden. Mit Analysewaagen der Chemie ist eine solche Masse mindestens auf 0,1 mg exakt bestimmbar. Die größere Fehlerquelle ist jedoch der Aufdampfprozeß selbst, bei dem nicht immer dieselbe Schichtdicke aus denselben Verdampfungsmassen entstehen. Versuchsreihen haben gezeigt, daß hier eine Unsicherheit von mindestens 10% zu erwarten ist.

#### 2) Referenzfolie

Von einer 10 µm dicken Aluminiumfolie ist beim Bedampfen alles außer einer Fläche von 5,124 cm<sup>2</sup> abgedeckt. Die Abdeckung realisiert eine Maske, in die die Referenzfolie ohne Klemmen und ohne Klebstoff (Gewichtsänderung!) eingelegt wird. Diese Folie selbst wiegt ungefähr 14 mg und die Gewichtszunahme beträgt z. B. bei der Herstellung einer 400 nm Goldschicht 4 mg. Die verwendete Analysewaage ermöglicht in diesem Bereich eine Genauigkeit von ± 20 µg (Anzeigegenauigkeit 5 µg, Reproduzierbarkeit ± 20 µg), so daß die Masse der 400 nm Goldschicht mit einer Genauigkeit von ± 0,5% gemessen werden kann. Der absolute Fehler der Schichtdicke beträgt dann  $\Delta d = \pm 2$  nm. Da der absolute Meßfehler konstant bleibt, liegt die untere Meßgrenze dieses Verfahrens bei einer Schichtdicke von 40 nm, sofern eine Genauigkeit von 10% gefordert wird.

#### 3) Schwingquarz

Die Schwingquarz-Wägemethode ermöglicht die Schichtdickenmessungen mit einer Auflösung unter einer Atomlage [Sauerbrey 1959]. Wesentliche Fehlerquellen stellen die Wasserkondensation (verbunden u. a. mit dem Druck in der Vakuumapparatur) und die Temperatur des Schwingquarzes [z. B. Berger 1968] dar. Beide Fehlerquellen werden durch das Aufheizen des Schwingquarzes mit der Strahlungswärme des zweiten (leeren) thermischen Verdampfers vor dem eigentlichen Aufdampfvorgang minimiert. Eine Temperaturänderung  $\Delta T$  beeinflusst den Fehler der gemessenen Massendicke  $x$  nach [Sauerbrey 1959]:

$$\Delta x = \pm 4 \cdot 10^{-9} \text{ g} \cdot \text{cm}^{-2} \Delta T. \quad (3.17)$$

Bei einer Goldbeschichtung und einer unbekannten Temperaturänderung von maximal 100° C ergibt sich eine Unsicherheit der Schichtdicke  $d = x / \rho$  von:

$$\Delta d \approx \pm 2 \cdot 10^{-10} \text{ m} . \quad (3.18)$$

Im hier interessierenden Meßbereich sind damit Genauigkeiten der Schichtdickenmessung um 1% zu erwarten. Das verwendete, kommerzielle Schwingquarzmeßgerät (Inficon der Fa. Leybold-Heraeus) berücksichtigt bei der Umrechnung der Resonanzfrequenz in die Schichtdicke drei Parameter: 1) die Dichte des Aufdampfmaterials, 2) den Schermodul des Aufdampfmaterials („Z-Ratio“) und 3) einen allgemeinen Kalibrierungsfaktor („tooling“). Damit sind in jedem Fall Testmessungen erforderlich, und die Genauigkeit der Schwingquarz-Wägemethode ist höchstens so gut wie die Kalibrierungsmethode. Dafür bietet sich die „Referenzfolie“ bei einer Schichtdicke von 400 nm an, so daß die Genauigkeit des Schwingquarzmeßgeräts im gesamten Meßbereich auf 1% abgeschätzt wird (bei einer Anzeigegenauigkeit des verwendeten Geräts von  $\pm 0,1$  nm).

#### 4) Tolansky-Verfahren

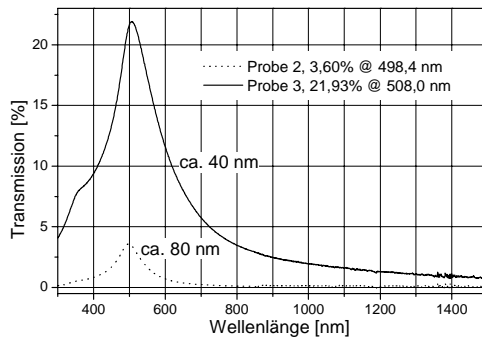
Für dieses Vielfachinterferenzverfahren [Tolansky 1948] wird ein Glasträger mitbedampft, der stellenweise mit einer Rasierklinge abgedeckt ist. Dadurch ergibt sich eine scharfe Stufe, die nach dem Überzug mit einer Aluminiumaufdampfschicht von ungefähr 100 nm Dicke sehr gut für die Vermessung des seitlichen Versatzes der Interferenzstreifen geeignet ist. Die Interferenzstreifen haben in dem Auflichtmikroskop mit der Beleuchtungswellenlänge  $\lambda$  den Abstand  $x$  und an der Stufe tritt der Versatz  $\Delta x$  auf, so daß sich die Schichtdicke  $d$  ergibt:

$$d = \frac{\lambda}{2} \frac{\Delta x}{x} . \quad (3.19)$$

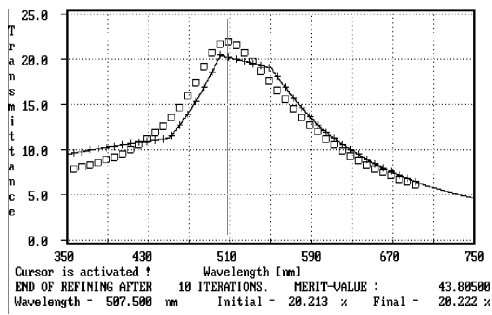
Im zur Verfügung stehenden Aufbau ist der Referenzspiegel des Interferometers zwar zur Steigerung der Schärfe der Interferenzlinien mit Aluminium bedampft [Tolansky 1948], jedoch beträgt die Linienbreite ungefähr 10% des Stufenversatzes  $\Delta x$ . Dieser Fehler ist unabhängig vom Abstand  $x$  (also dem einstellbaren Keilwinkel des Referenzspiegels) der Interferenzlinien. Also beträgt die Genauigkeit des vorhandenen Aufbaus lediglich 10%.

#### 5) Optische Transmission

Goldschichten mit einer Dicke unter 80 nm sind durchaus optisch transparent. Der Transmissionsgrad der bedampften Glasträger konnte in einem Spektrometer (Modell 19 der Fa. Perkin-Elmer) gemessen werden, wobei sich im Referenzstrahlengang ein äquivalenter unbeschichteter Glasträger befand, so daß sich direkt die Transmission der Goldschicht ergibt. Abb. 3.36 zeigt als Beispiel die gemessenen Spektren an den ungefähr 40 bzw. 80 nm dicken Goldschichten. Die Auswertung erfolgt mit Hilfe des Simulationsprogramms „Multilayer Calculation“ der Fa. Leybold, das entsprechende Spektren anhand eingegebener Dispersions- und Absorptionsrelationen berechnet, Abb. 3.37. Die Daten von Absorption und Disper-



**Abb. 3.36:** Optische Spektren der ca. 40 nm und ca. 80 nm dicken Goldschichten, aufgenommen mit Perkin Elmer 19 von C. Scharfenorth, die Auflösung beträgt  $\Delta\lambda = 0,8$  nm



**Abb. 3.37:** Simulation der Transmission durch eine 40,1 nm dicke Goldschicht mit optischen Daten aus [Mayer 1950], Programm „Multilayer Calculation“ der Fa. Leybold,  $\square$ : Meßwerte aus Abb. 3.36,  $+$ : berechnete Transmission

sion können der Literatur entnommen werden, [z. B. Mayer 1950]. Die berechnete Kurve in Abb. 3.37 ist unstetig, da die Absorptionsdaten nur im Raster von 50 nm bekannt sind und das Programm dazwischenliegende Punkte linear approximiert. Beim Vergleich mit den experimentellen Daten zeigt sich eine Verschiebung der Abszisse um ungefähr 10 nm, die entweder durch eine Dejustierung des Spektrometers oder durch die Vernachlässigung von Interferenzeffekten in der Simulation bedingt ist. Dieses Meßverfahren läßt sich für Schichtdicken zwischen 1 und 80 nm anwenden. Die Genauigkeit des Verfahrens ist durch die Genauigkeit der verwendeten optischen Daten gegeben.

#### 6) Rückstreuungsspektren

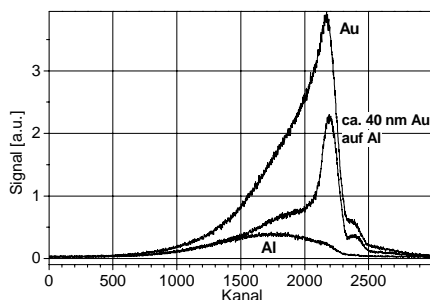
Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein kompaktes Spektrometer mit toroidaler Symmetrie für den Einsatz in einem Rasterelektronenmikroskop konstruiert. Mit diesem Aufbau kann die Schichtdicke von elektronenoptisch transparenten Schichten, die sich auf einem massiven Träger

befinden, bestimmt werden. Für diese Auswertung werden die Rückstreuungsspektren des reinen Trägermaterials und des reinen, massiven Schichtmaterials zu Hilfe genommen [Schmoranz 1975, Berger 1997b, 1998d, Schlichting 1998, 1999]. Die Genauigkeit dieses Verfahrens ist wesentlich durch einen hohen Z-Kontrast der verwendeten Materialien gegeben. Sollen z. B. Goldschichten untersucht werden, empfiehlt sich Aluminium als Trägermaterial. Eine entsprechende Messung in Abb. 3.38 zeigt beispielhaft die gemessenen Spektren von Aluminium, Gold und einer Goldschicht mit der gesuchten Schichtdicke auf Aluminium.

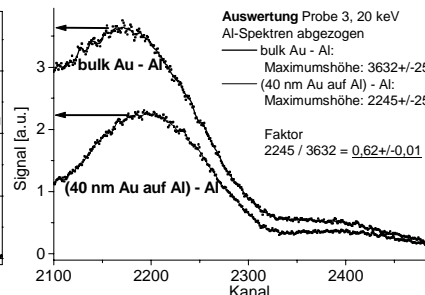
Die Auswertung folgt einem in [Schlichting 2000] kalibrierten Meßverfahren. Zunächst wird das Aluminiumspektrum (ohne physikalischen Hintergrund) von den anderen beiden Spektren abgezogen (Abb. 3.39). In den erhaltenen Kurven werden nach der Mittelung über 13 Punkte die Höhen der relativen Maxima ungeachtet ihrer Position im Spektrum zueinander



in Beziehung gesetzt. Für den so ermittelten Faktor gibt es in [Schlichting 2000] entsprechende Fitkurven zur Umrechnung in Schichtdicken. Für die hier dargestellte Probe ergibt sich ein Faktor von 0,62, der zu einer Schichtdicke ( $32,2 \pm 0,6$ ) nm führt, während die anderen Meßmethoden 1) - 5) eine Schichtdicke um 40 nm ergeben.



**Abb. 3.38:** Rückstreuenspektren bei 20 keV zur Schichtdickenbestimmung, gemessen mit toroidalem Spektrometer im Rasterelektronenmikroskop DSM 950, Meßaufnahme mit dem Programm „Calipso“ [Schlichting 2000]



**Abb. 3.39:** Auswertung der Höhe der lokalen Maxima der Rückstreuenspektren nach der Subtraktion des Al-Spektrums, die absolute Höhe sowie die Position im Spektrum gehen nicht in die Auswertung ein

Für alle untersuchten Schichten ergeben sich mit den Fitkurven aus [Schlichting 2000] systematisch ungefähr 20% zu kleine Schichtdicken. Die Ursache könnte darin liegen, daß das Spektrometer nach der Aufnahme der Fitkurven im Rahmen der Arbeit [Schlichting 2000] durch die Austrittsspaltblende ergänzt wurde. Mit dieser Austrittsspaltblende ist die Energieauflösung des Spektrometers verringert worden (vgl. Abb. 3.32), was sich vor allem auf spektral schmale Peaks der Rückstreuenspektren auswirkt, hier also auf das Spektrum von Gold auf Aluminium. Mit unveröffentlichten Fitkurven [persönliche Mitteilung], die mit der Austrittsspaltblende erstellt wurden, ergeben sich schließlich Schichtdicken, die gut mit den Ergebnissen der anderen Methoden übereinstimmen.

Unter Beachtung der Erfordernis exakter Fitkurven ist die Genauigkeit dieses Verfahrens über einen weiten Meßbereich sehr hoch, so sind die Fitkurven mit einer Genauigkeit von  $\pm 2\%$  angegeben. Jedoch hat sich die Reproduzierbarkeit der gemessenen Rückstreuenspektren als nicht so hoch erwiesen. Bei wiederholten Messungen der Spektren an verschiedenen Probenstellen ergab sich eine Streuung der Höhe der lokalen Maxima der Spektren um 5%. Dies kann durch unterschiedliche Druckverhältnisse, Oberflächenabsorbate, Oberflächenrauigkeiten, Keilwinkel der Probe usw. verursacht sein.

[Schmoranz 1975] verwendet ebenfalls Rückstreuenspektren für die Schichtdickenbestimmung, jedoch werden Fitkurven nicht für das Maximum der Spektren, sondern für die Fläche unter den Spektren ermittelt. Für dieses Verfahren wird ein Meßfehler von 3% angegeben.

## Kapitel 4

### Ergebnisse

Zunächst werden die mit der übernommenen und modifizierten Streuapparatur gewonnenen Winkelverteilungen der Streuung an massiven einatomigen Metallproben (Kap. 4.1) präsentiert, um die Ergebnisse von [Wittich 1995] zu bestätigen und auf weitere Materialien zu erweitern. Anhand der Messung der Rückstreuverteilungen an massiven mehratomigen Proben (Kap. 4.2) sollen die Möglichkeiten betrachtet werden, diese aus den Winkelverteilungen der einatomigen Proben herzuleiten. Die Messungen der Streuverteilung an dünnen Metallfilmen (Kap. 4.3) schließt die der transmittierten Elektronen mit ein und dient der Überprüfung der Vorhersagen der bekannten Mehrfachstreu-, Vielfachstreu- und Diffusionsmodelle. Die erforderlichen Änderungen dieser Modelle zur Beschreibung der Winkelverteilungen bei schiefwinkligem Elektroneneinfall werden durch entsprechende Messungen aufgezeigt. Es soll ferner versucht werden, an geeigneten Proben die Winkelverteilung von Einzelstreuquerschnitten zu beobachten. Bei diesen Messungen in den Kapiteln 4.1 bis 4.3 handelt es sich um reine Winkelverteilungen, die über alle Energien summiert sind. Sie werden mit der Si-Avalanchediode aufgenommen (Abb. 3.3 oben).

Danach werden energieselektive Messungen der Elektronenrückstreuung mit den beiden toroidalen Rau-Spektrometern behandelt (Kap. 4.4). Messungen an einem bekannten Mehrschichtsystem sollen die abbildenden und spektroskopischen Möglichkeiten für die Anwendung des Rau-Spektrometers in der Mikrotomographie veranschaulichen. Zur Ergänzung werden Rückstreuenspektren an massiven und dünnen freitragenden Metallfilmen aufgenommen, mit denen sich ein einfaches Filmdickenmeßverfahren realisieren läßt.

Mit dem sphärischen Spektrometer, eingebaut in die Streuapparatur aus Kap. 3.1 (s. Abb. 3.3 unten), können schließlich winkel- und energieaufgelöste Messungen der Elektronenstreuung durchgeführt werden (Kap. 4.5 und 4.6), wobei wiederum massive Proben bei verschiedenen Einfallswinkeln und dünne freitragende Filme in Betracht kommen. Mit diesen Ergebnissen sollen Erkenntnisse über fundamentale Elektronenstreuprozesse gewonnen und die Erweiterungen der Monte-Carlo-Simulation von S. Zaitsev begutachtet werden.

Ein Exkurs im letzten Unterkapitel erweitert die Betrachtungen auf einkristalline Proben, an denen anomale Absorption und Transmission untersucht werden können. Damit kann nachgewiesen werden, daß die hellen Kikuchibänder durch vollständig energieverlustfrei gestreute (und gebeugte) Elektronen zustande kommen.

## 4.1 Winkelverteilung der Rückstreuung von massiven Metallproben

### 4.1.1 Ergänzung der Arbeiten von T. Wittich

Zunächst wurden die Messungen der Winkelverteilung der Rückstreuung von massiven Metallproben [Wittich 1995] wiederholt, wobei sich eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse zeigte. Bei den Messungen dieser Arbeit ist der empirische Korrekturfaktor von [Wittich 1995] nicht erforderlich, da eine neue Detektordiode ohne laterale Defekte verwendet wurde (s. Kap. 3.2.4). Damit stimmen die aus den Winkelverteilungen erhaltenen Gesamtrückstreuraten direkt mit Literaturangaben überein, sofern die untere Energieschwelle von ca. 3,3 keV der Detektordiode und die Korrekturen der Winkelverteilungen nach Kap. 3.2.5 berücksichtigt werden. Zusätzlich zu den Materialien in [Wittich 1995] wurden die Metalle Wolfram und Platin untersucht, so daß die Tabelle 5.1 aus [Wittich 1995] durch Tabelle 4.1 erweitert werden kann. Die Form der Winkelverteilung von Wolfram ist nicht von der von Tantal [Wittich 1995] zu unterscheiden, da sich die Ordnungszahlen nur minimal unterscheiden (Ordnungszahlen 74 und 73). Dasselbe gilt für die Form der Winkelverteilungen von Platin ( $Z=78$ ) und Gold ( $Z=79$ , [Wittich 1995]).

In [Wittich 1995] und [Berger 1996a, 1996b] ist der Vergleich der gemessenen Winkelverteilungen mit den Ergebnissen von analytischen Modellen wiedergegeben. Gerade beim schiefwinkligen Elektroneneinfall sind erhebliche Abweichungen zu beobachten, so daß hier nur der Vergleich zu Ergebnissen von Monte-Carlo-Simulationen geführt wird.

	$\vartheta_T \rightarrow$	0°	10°	20°	30°	42°	50°	60°	70°	80°
W	$\eta_{\text{mess}}$	42%	43%	44%	47%	51%	54%	60%	64%	71%
Pt	$\eta_{\text{mess}}$	47%	48%	48%	50%	54%	56%	60%	66%	75%

**Tabelle 4.1:** Aus der Integration der vollständigen Winkelverteilungen (aufgenommen im 2,5°-Raster) erhaltene Gesamtrückstreuraten massiver Metalle in Abhängigkeit des Elektroneneinfallwinkels  $\vartheta_T$ , Meßwerte ohne Korrekturen, Meßfehler 4%, Ergänzung zu Tabelle 5.1 aus [Wittich 1995]

### 4.1.2 Vergleich mit Monte-Carlo-Simulationen von S. Zaitsev

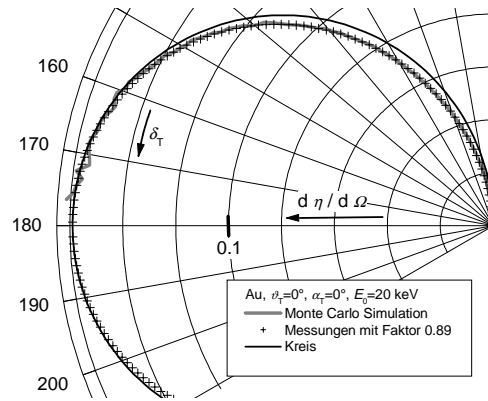
Die Winkelverteilung der Elektronenrückstreuung von massiven Metallen bei senkrechtem Einfall der Elektronen ist näherungsweise cosinusförmig, im Dreidimensionalen ist die Rückstreuverteilung (fast) eine Kugel. Diese Kugel ist jedoch in der Nähe der Targetoberfläche abgeflacht. Dieser Effekt wird durch Messungen dieser Arbeit und von [Bishop 1965, Wittich 1995] bestätigt und ist nicht durch systematische Meßfehler, z. B. Oberflächeneffekte, bedingt. Die Monte-Carlo-Simulation von S. Zaitsev (Kap. 2.2.6) liefert ebenfalls eine Abflachung, wie aus Abb. 4.1 ersichtlich ist. Die Meßwerte in Abb. 4.1 wurden mittels der Fit-

funktion aus [Wittich 1995, 1996] dargestellt, so daß das Rauschen der Meßwerte nicht sichtbar ist; ihr Fehler beträgt ungefähr 4%. Die Abweichung von der Kosinusverteilung (in Abb. 4.1 ebenfalls dargestellt) beträgt immerhin 25% bei einem Detektionswinkel  $\delta_T = 92,5^\circ$ . Die simulierte Winkelverteilung in Abb. 4.1 stimmt außer in der Nähe der direkten Rückstreurichtung perfekt mit der Form der gemessenen überein. Die simulierte Winkelverteilung strebt für  $\delta_T \rightarrow 180^\circ$  gegen einen sehr hohen Wert, was vermutlich mit der Genauigkeit der Berechnung der trigonometrischen Funktionen in dem verwendeten Compiler zusammenhängt. In jedem Kanal der Simulation befinden sich ca.  $10^3$  Elektronen.

Obwohl die Form der Winkelverteilung von der Simulation bestens wiedergegeben wird, ist der absolute Wert der differentiellen Rückstreurate  $d\eta/d\Omega$  gegenüber den Messungen ungefähr 11% zu klein. Daher sind in Abb. 4.1 die Meßwerte mit dem Faktor 0,89 multipliziert dargestellt. Der Fehler wird mit abnehmender Ordnungszahl des Streuers größer und beträgt bei Aluminium ungefähr 16%.

Die Messungen der Rückstreuverteilungen an massiven Targets erfolgte für Einfallswinkel  $\vartheta_T = 0^\circ, 10^\circ, \dots, 80^\circ$ . Bei dem Vergleich mit Simulationsergebnissen ergibt sich einerseits die in Kap. 3.1 beschriebene (lösbare) Schwierigkeit mit der Transformation der Koordinatensysteme. Andererseits geht die derzeitige Version der Monte-Carlo-Simulation von S. Zaitsev von rotationssymmetrischen Verteilungen aus, bei denen der azimutale Detektionswinkel (Abb. 3.4) nicht von Belang ist. Die Simulation selbst arbeitet natürlich mit polaren und azimutalen Detektionswinkeln, jedoch ergäbe die getrennte Speicherung deutlich größere Ausgabedateien. Das eigentliche Problem daran ist, daß nun eine viel größere (ca. 150fache) Zahl von Elektronen simuliert werden muß, um dieselbe Statistik zu erhalten. Derzeit braucht eine Simulation bereits mindestens zwei Stunden (200 MHz-PC) ... Im Rahmen der Kooperation wurden daher von S. Zaitsev auch Möglichkeiten untersucht, in der Simulation Rechenzeit zu sparen. Diese Untersuchungen dauern an.

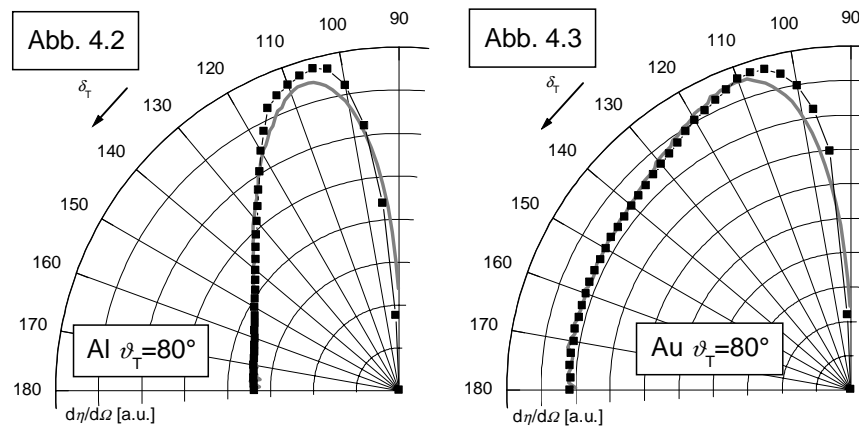
Dennoch lassen sich mit der derzeitigen Version der Simulation auch nicht-rotationssymmetrische Winkelverteilungen bei nicht senkrechtem Elektroneneinfall simulieren, allerdings werden diese über den azimutalen Detektionswinkel integriert gespeichert und ausgegeben, was die Winkelverteilung gegenüber einem normalen Ortsraum erheblich deformiert. Ein Vergleich mit den gemessenen Winkelverteilungen kann am einfachsten erfol-



**Abb. 4.1:** Winkelverteilung der Rückstreuung an massivem Gold (Elektroneneinfall von links): Vergleich von Messung (Meßpunkte) und Monte-Carlo-Simulation (dick) für einen Polarscan in  $\delta_T$  entlang des Maximums der Verteilung und Kosinusverteilung (dünn) zur Veranschaulichung der Abflachung nahe der Targetoberfläche

gen, wenn die (dreidimensional abgespeicherten) Messungen auf Polarkoordinaten nach Abb. 3.4 transformiert werden und ebenfalls über den azimutalen Winkel integriert werden.

Die Abbildungen 4.2 und 4.3 zeigen diesen Vergleich zwischen Messung und Simulation für Aluminium und Gold und einen Einfallswinkel von  $\vartheta_T=80^\circ$  mit einer hervorragenden Ähnlichkeit der Winkelverteilungen. Keine der bekannten analytischen Modelle [Niedrig 1984, Kaczmarek 1999] und Monte-Carlo-Simulationen (Tab. 2.2) erreicht eine annähernd gute Übereinstimmung [Berger 1996a, 1996b]. Aus dem Vergleich beider Abbildungen erkennt man den bei Gold deutlich höheren Diffusionsanteil in Richtung der Targetnormalen.



**Abb. 4.2 und 4.3:** Messung (Punkte) und Monte-Carlo-Simulation (Linie) der Winkelverteilung der Rückstreuung von Al und Au bei Elektroneneinfall unter  $80^\circ$ , dargestellt in Polarkoordinaten über den azimutalen Winkel integriert, Elektroneneinfall bei  $260^\circ$

## 4.2 Winkelverteilung der Rückstreuung an mehratomigen Metallproben

Die Untersuchung der Streuung an mehratomigen Proben ist für mehrere Anwendungen von Interesse: Einerseits kann anhand von BSE-Signalen [Ball 1981, Brostin 1995, Gomoyunova 1965, Herrmann 1984, Saldick 1954] oder der charakteristischen Röntgenstrahlung (Sonden-Mikroanalyse [Bishop 1968, Büchner 1973, Castaing 1960, Duncumb 1968]) eine (ortsaufgelöste) Massenanalyse vorgenommen werden, sofern der Einfluß der einzelnen Atomanteile auf den Gesamtstreuquerschnitt bekannt ist. Andererseits sind ein mittlerer Streuquerschnitt, eine mittlere Streurrate und eine mittlere „Stopping power“ für die Erweiterung bestehender Monte-Carlo-Simulationen auf mehratomige Proben notwendig [Fitting 1991, Howell 1998b].

In den bekannten Veröffentlichungen wird stets nach einer mittleren Ordnungszahl  $\bar{Z}$  oder einer mittleren Gesamtrückstreurrate  $\bar{\eta}$  der mehratomigen Probe gesucht, der differentielle Streuquerschnitt wird aber außer Acht gelassen. Die im Rahmen der Kooperation dieser

Arbeit zu entwickelnde Monte-Carlo-Simulation soll auch die Winkelverteilung der Streuung betrachten können. Dazu muß experimentell geklärt werden, wie die Winkelverteilung einer mehratomigen Probe von spezifischen Größen der Einzelanteile abhängt. Derartige Untersuchungen sind Ziel der Betrachtungen dieses Kapitels [Berger 1997a, 1999b].

#### 4.2.1 Literaturübersicht

Allgemeiner Ansatz bei der Betrachtung der Streuung an mehratomigen Proben ist die Annahme, daß sich die Streuquerschnitte  $\sigma_i$  der beteiligten Elemente gewichtet mit ihren Atomkonzentrationen  $\alpha_i$  addieren:

$$\bar{\sigma} = \sum \alpha_i \sigma_i . \quad (4.1)$$

Betrachtet man lediglich die elastische Großwinkelstreuung mittels des Rutherford-Streuquerschnitts ( $\sigma_i \sim Z_i^2$ ), ergibt sich die mittlere Ordnungszahl der mehratomigen Probe:

$$\bar{Z}^2 = \sum \alpha_i Z_i^2 . \quad (4.2)$$

Diese Formel, zuerst von [Hohn 1972] betrachtet, ist in die Literatur als Büchners Summenformel [Büchner 1973] eingegangen und liefert gute Ergebnisse für die  $Z$ -Korrektur bei der Mikrosondenanalyse mit Energien kleiner 30 keV. Jedoch liefert diese Formel systematisch zu kleine Elektronenrückstreuraten [Herrmann 1984], wenn  $\bar{Z}$  nach (4.2) in die Funktion

$$\eta = \eta(Z, E) , \quad (4.3)$$

die z. B. experimentell aus der Rückstreuung einatomiger Proben bestimmt wird [Darlington 1975, Drescher 1970, Heinrich 1981, Hunger 1979, Kaczmarek 1997, Kalef-ezra 1982, Küchler 1982, Schreiber 1968, Verma 1975], eingesetzt wird.

Betrachtet man diese experimentell gefundene Kurve (4.3) nur auf einzelnen Perioden des Periodensystems, kann man eine Linearität in  $Z$  nähern, was zur folgenden Summenformel [Müller 1954] führt:

$$\bar{Z} = \sum c_i Z_i \quad (4.4)$$

mit den Massenkonzentrationen  $c_i$ .

Eine weitere Summenformel zur Berechnung der mittleren Ordnungszahl wird von [Saldick 1954] eher willkürlich verwendet, um die an den Fenstern von Dosimetern rückgestreuten Elektronen zu betrachten:

$$\bar{Z} = \sum \alpha_i Z_i^2 / \sum \alpha_i Z_i . \quad (4.5)$$

Die mit den Formeln (4.4) und (4.5) erhaltenen Gesamtrückstreuraten sind systematisch zu groß [Herrmann 1984].

Anstatt eine mittlere Ordnungszahl zu berechnen, kann man auch sofort eine mittlere Gesamtrückstreurate  $\bar{\eta}$  berechnen [Castaing 1960]:

$$\bar{\eta} = \sum c_i \eta_i. \quad (4.6)$$

Diese Formel wurde aus dem Fit an Eichmessungen zur Z-Korrektur in der Mikrosondenanalyse gewonnen [Castaing 1960], sie ist jedoch auch für die Berechnung der integralen Elektronenrückstreurate geeignet [Heinrich 1981, Bishop 1967, Sogard 1980, Hermann 1984], lediglich bei kleinen mittleren Ordnungszahlen ist Vorsicht geboten [Howell 1998a].

#### 4.2.2 Messungen der Winkelverteilungen und Auswertung

Für die Untersuchungen wurde eine Wolfram-Kupfer (W-Cu) Probe (W 180210 der Firma Goodfellow) mit den Massenkonzentrationen  $c_W = 60\%$  und  $c_{Cu} = 40\%$  sowie Atomkonzentrationen  $\alpha_W = 34\%$  und  $\alpha_{Cu} = 66\%$  verwendet, die nach Kap. 3.6.1 präpariert wurde. Die Auswahl der Probe erfolgte nach der Maßgabe eines hohen Unterschiedes in Z bei möglichst gleichen Massenkonzentrationen. Die Oberfläche der Wolfram-Kupfer-Probe besteht aus Wolframinseln mit einigen  $\mu\text{m}$  Durchmesser eingebettet in Kupfer (Abb. 4.4). Bei den Mes-

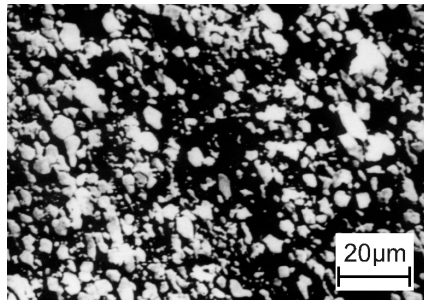


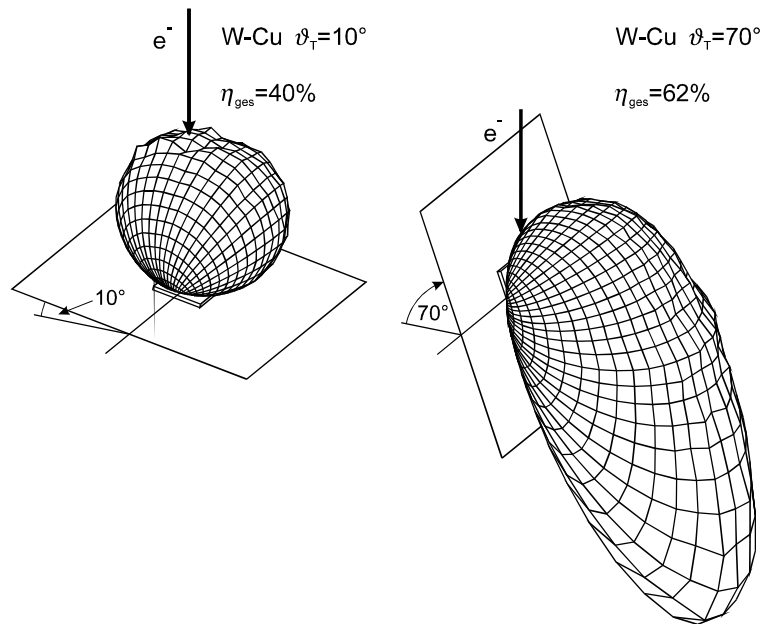
Abb. 4.4: SE-Bild der Oberfläche der polierten Wolfram-Kupfer-Probe

sungen wurde der Strahl auf die Probe mit einem verbleibenden Durchmesser von über  $60 \mu\text{m}$  fokussiert, so daß stets viele Wolframinseln überdeckt werden. Bei dieser Probe war das Schleifen der Oberfläche mit Sandpapier (600) insbesondere erforderlich, da ansonsten die Oberflächenrauigkeit zu groß ist und rückgestreute Elektronen in den Riefen der Oberfläche sofort wieder absorbiert werden.

Die vollständige Winkelverteilung der Rückstreuung wurde im  $2,5^\circ$ -Raster für verschiedene Einfallswinkel ( $\vartheta_1 = 0^\circ, 10^\circ, \dots, 80^\circ$ ) aufgenommen. Abb. 4.5 zeigt exem-

plarische dreidimensionale Ansichten der Rückstreuung für  $\vartheta_1 = 10^\circ$  und  $70^\circ$ .

Für eine einfachere Analyse sind in Abb. 4.6 die Polarscans der Winkelverteilung zu den festen azimuthalen Winkeln  $\alpha_1 = 0^\circ, 10^\circ, \dots, 80^\circ$  (s. Winkeldefinition in Abb. 3.4) aufgetragen. Die Polarscans der W-Cu Probe (Abb. 4.6c) werden mit den entsprechenden der reinen Metalle Kupfer (Abb. 4.6a) und Wolfram (Abb. 4.6d) verglichen, die den Messungen der vollständigen Winkelverteilung aus Kap. 4.1 entnommen wurden. Aus der Form der Polarscans in Abb. 4.6a läßt sich erkennen, daß die Rückstreuung an leichten Materialien im wesentli-



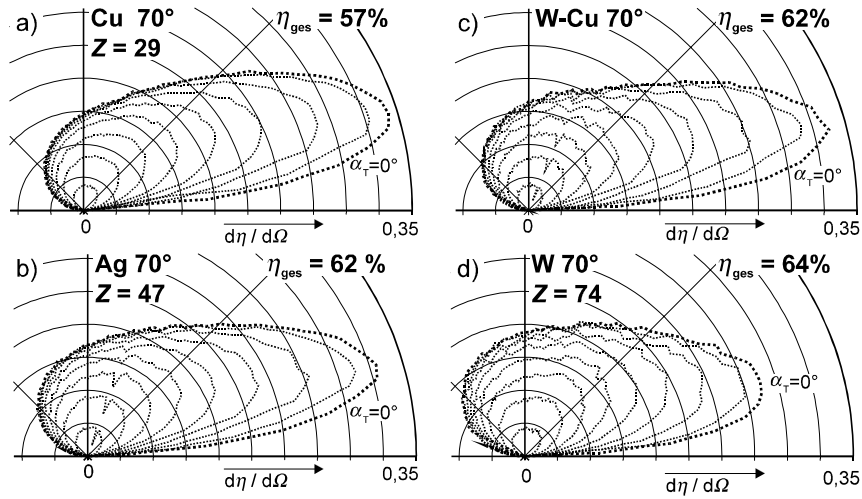
**Abb. 4.5:** Dreidimensionale Darstellung der Elektronenrückstreuverteilung an einer Wolfram-Kupfer-Probe für verschiedene Einfallswinkel  $\vartheta_i$

chen durch Einfachstreuung bedingt ist und sich eine deutliche Vorwärtsorientierung zeigt. Bei schweren Materialien (Abb. 4.6d) hingegen spielen Mehrfachstreuung und Diffusion eine Rolle, so daß die Rückstreuverteilung „bauchiger“ ist. Der Maximalwert der differentiellen Rückstreurate ist zwar bei Wolfram niedriger als der bei Kupfer, dennoch ist die Gesamtrückstreurate von Wolfram höher. Auf die Interpretation der Rückstreuverteilung verschiedener Materialien wird in Kap. 4.5 anhand der gemessenen Energieverteilungen noch einmal eingegangen.

Die Polarscans der W-Cu Probe sollen nun mit denen einer Probe mit einer mittleren Ordnungszahl verglichen werden. Nach Gleichung (4.2) ergibt sich  $\bar{Z} = 49$ , Indium, das jedoch nur schwer zu präparieren ist. Daher wird die Winkelverteilung von Silber ( $Z = 47$ ) zum Vergleich herangezogen, Abb. 4.6c. Nach Augenschein ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit den Polarscans der W-Cu Probe. Zur genaueren Analyse wird nur der Polarscan der maximalen Intensität ( $\alpha_i = 0^\circ$ ) der Rückstreuverteilung betrachtet, in Abb. 4.7 mit  $\cos(\delta_i)$  normiert.

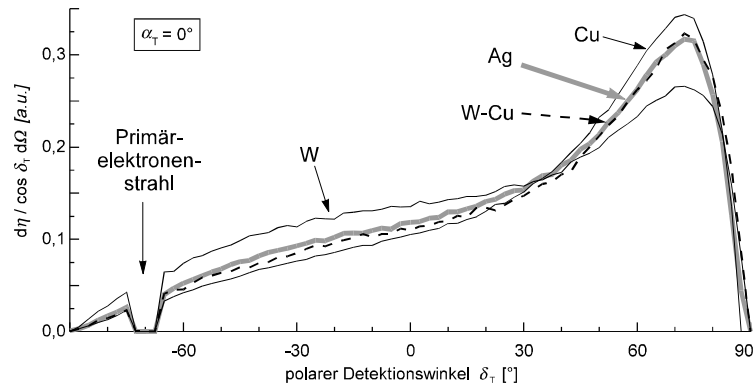
Es zeigt sich, daß die Polarscans der Rückstreuung von Silber und von Wolfram-Kupfer sehr gut übereinstimmen, die mittlere quadratische Abweichung ist kleiner  $\sigma = 0,010$ . Hingegen beträgt die Abweichung zwischen Wolfram und Wolfram-Kupfer  $\sigma = 0,025$ . Offensichtlich ist Büchners Summenformel (4.2) gut geeignet für die Beschreibung der Rückstreuverteilung an mehratomigen Proben, obwohl sie nur die Rutherford-Einfachstreuung berücksichtigt.





**Abb. 4.6:** Polarscans der differentiellen Streurrate für verschiedene azimutale Winkel  $\alpha_T=0^\circ$ ,  $10^\circ$ , ...,  $80^\circ$  und verschiedene massive Metallproben, Elektroneneinfall unter  $\vartheta_T=70^\circ$  zur Targetrnormalen,  $\eta_{\text{ges}}$ : Gesamtrückstreurate

Die Summenformeln (4.4) und (4.5) berechnen mittlere Ordnungszahlen von  $Z=54$  bzw. 55. Diese Elemente sind wenig geeignet für die Streuuntersuchungen in der vorliegenden Apparatur, jedoch lässt sich anhand von Abb. 4.7 abschätzen, daß die Winkelverteilungen nur wenig Übereinstimmung mit der der W-Cu Probe zeigen werden. Die Gesamtrückstreurate lässt sich durch Integration der Winkelverteilungen in Abb. 4.3 errechnen. Im Rahmen der Meßgenauigkeit stimmt  $\eta_{\text{ges}}=62\%$  der W-Cu Probe gut mit  $\bar{\eta} = \sum c_i \eta_i = 61,2\%$  nach (4.6) überein. Die Gültigkeit der Formel für mehratomige Proben (4.6) wird durch eine Vielzahl von Messung (s. o.) bestätigt.



**Abb. 4.7:** Polarscans der differentiellen Streurrate für  $\alpha_T=0^\circ$  aus Abb. 4.6

### 4.3 Winkelverteilung der Vorwärts- und Rückstreuung an dünnen freitragenden Metallfilmen

Die am weitesten entwickelten analytischen Modelle der Elektronenstreuung [Niedrig 1981, 1984, Kaczmarek 1987] kombinieren Einzelstreu- und Diffusionseffekte, wobei das Verhältnis beider Streumechanismen aus Messungen gewonnen wird. Daher sind für diese Modelle (ebenso zur Verifizierung aller Modelle und Simulationen) Messungen, bei denen nur einer der möglichen Streueffekte auftritt oder überwiegt, wünschenswert. In diesem Kapitel soll die Winkelverteilung der Streuung an sehr dünnen Schichten, in Transmission und in Rückstreuung, experimentell untersucht werden. Dabei sollen die Möglichkeiten der verwendeten Streuapparatur, die vollständige Winkelverteilung mit polaren und azimuthalen Streuwinkeln zu messen und die Verwendung des schiefwinkligen Elektroneneinfalls, (erstmalig) ausgenutzt werden [Berger 1997a, 1998a, 1998c, 1999a].

#### 4.3.1 Beschreibungen der Winkelverteilungen

Bei einer Probe, deren Dicke der mittleren freien Weglänge gleicht, entspricht die Winkelverteilung dem elastischen Streuquerschnitt des Streuers (**Einzelstreuung**). Aus den Werten der mittleren freien Weglänge für verschiedene Materialien und Energien in Tabelle 4.2 wird jedoch sofort deutlich, daß solche Metallfilme bei dem hier interessierenden Energiebereich nur schwer präpariert werden können.

Material		$E_0$ [keV]					
		1	5	10	20	50	
<b>C</b>	$\Lambda_{el}$	1,5	9	18	37	83	nm
	$\Lambda_t$	0,4	2,3	4,5	9	20	nm
<b>Al</b>	$\Lambda_{el}$	1,3	5	10	21	49	nm
	$\Lambda_t$	0,5	2	4	8	20	nm
<b>Cu</b>	$\Lambda_{el}$	0,64	1,8	3,2	5,6	10,7	nm
	$\Lambda_t$	0,4	1,1	2	3,5	6,7	nm
<b>Ag</b>	$\Lambda_{el}$	0,5	1,5	2,4	4	7,7	nm
	$\Lambda_t$	0,4	1,0	1,7	2,8	5,5	nm
<b>Au</b>	$\Lambda_{el}$	0,43	1,0	1,6	2,5	4,6	nm
	$\Lambda_t$	0,36	0,9	1,3	2,1	3,8	nm

**Tab. 4.2:** Elastische und totale mittlere freie Weglänge [Reimer 1998]

In dickeren Schichten erfährt jedes Elektron mehrere Streuprozesse, per Definition [Cosslett 1964] wird von **Mehrfachstreuung** gesprochen, sofern nicht mehr als  $p_e=25\pm 5$  elastische Stöße im Streuer auftreten. Die Zahl der elastischen Streuprozesse ist direkt mit der Eindringtiefe  $t$  der Elektronen und der mittleren freien Weglänge des Streuers verknüpft und läßt sich mit dem abgeschirmten Rutherford-Streuquerschnitt (2.5) abschätzen:

$$p_e = 3 \cdot 10^9 \text{ eVcm}^2 \frac{Z^{4/3}}{AE} \rho \cdot t. \quad (4.7)$$

Im Fall der Mehrfachstreuung läßt sich ein Gesamtstreuquerschnitt  $S_m$  aufstellen, der bei  $m$  Streuprozessen aus der  $m$ -fachen Faltung der Einzelstreuquerschnitte  $S_1$  besteht:

$$S_m = S_{m-1} \otimes S_1. \quad (4.8)$$

Die Mehrfachstreutheorie geht von Einzelstreuquerschnitten aus, die unabhängig von der Eindringtiefe sind, und vernachlässigt die Energieverluste der Elektronen. In der Näherung kleiner Winkel wurde der Gesamtstreuquerschnitt (4.8) berechnet (s. Übersicht in [Reimer 1998]) mit dem Ergebnis, daß der Mittelwert des quadratischen Streuwinkels linear von der Eindringtiefe der Elektronen und der Zahl der Streuprozesse abhängt.

Die **Vielfachstreutheorie** (per Definition  $p_e > 25 \pm 5$  [Bothe 1933]) ist in der Lage, die Winkelverteilung der transmittierten Elektronen als eine Gaußfunktion

$$N(\delta) d\Omega = N_0 \frac{d\Omega}{\pi \delta^2} \exp\left(-\frac{\delta^2}{\delta^2}\right) \quad (4.9)$$

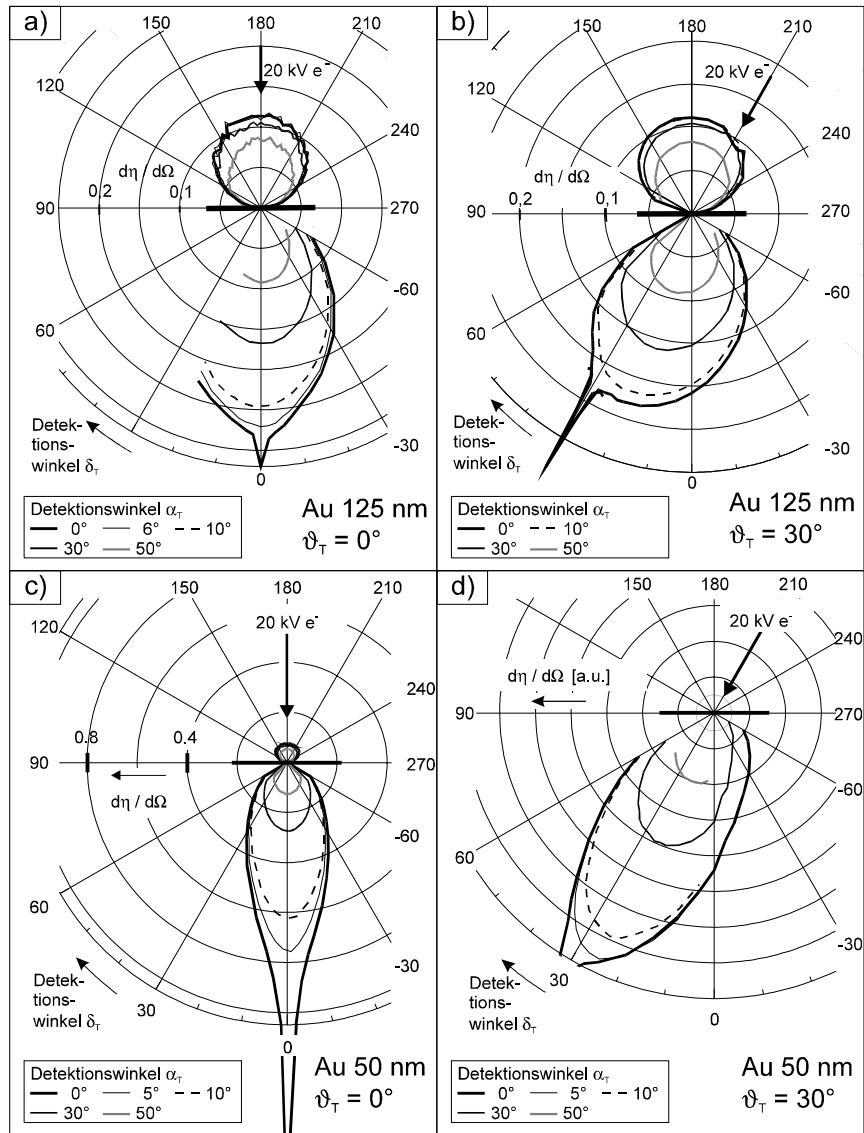
darzustellen, wobei der Mittelwert des quadratischen Streuwinkels  $\overline{\delta^2}$  wiederum von der Eindringtiefe  $t$  abhängt:

$$\overline{\delta^2} = 1,2 \cdot 10^7 \text{ eVcm}^2 \frac{Z^{3/2}}{AE} \rho \cdot t. \quad (4.10)$$

Die Obergrenze der Gültigkeit der Vielfachstreutheorie ist für Eindringtiefen erreicht, bei denen sich der mittlere quadratische Streuwinkel (4.10) nicht weiter erhöht, was nichts anderes bedeutet, als daß der Strahl beim weiteren Eindringen in die Materie nicht weiter aufgeweitet wird, sondern lediglich die Strahlintensität abnimmt. Das ist der Bereich der **Diffusion**; die Winkelverteilung  $N(\delta)$  der transmittierten Elektronen ist dann proportional zu

$$N(\delta) \sim \cos^2(\delta). \quad (4.11)$$

Die Winkelverteilung von rückgestreuten Elektronen (Rückdiffusion) ist noch breiter als die Diffusionsverteilung (4.11) und kann für alle Eindringtiefen/Schichtdicken durch eine cos-Funktion beschrieben werden. Die Vernachlässigung der Energieverluste bei der Mehrfach- und insbesondere bei der Vielfachstreuung wird sich bei der Aufnahme energiewirksamer Winkelverteilungen als grobe Näherung herausstellen (Kap. 4.3.4 und 4.5).



**Abb. 4.8:** Messungen der Winkelverteilung der Elektronenstreuung (differentielle Streu-rate  $d\eta / d\Omega$  in sr) an dünnen, freitragenden Goldfilmen der Dicken 50 nm und 125 nm bei Elektroneneinfall unter  $0^\circ$  und  $30^\circ$ ,  $E_0=20$  keV, Zahl der elastischen Stöße nach (4.7)  $p_e=25$  bzw. 62, Elektronenreichweite [Drescher 1970] bei 20 keV in Gold: 375 nm

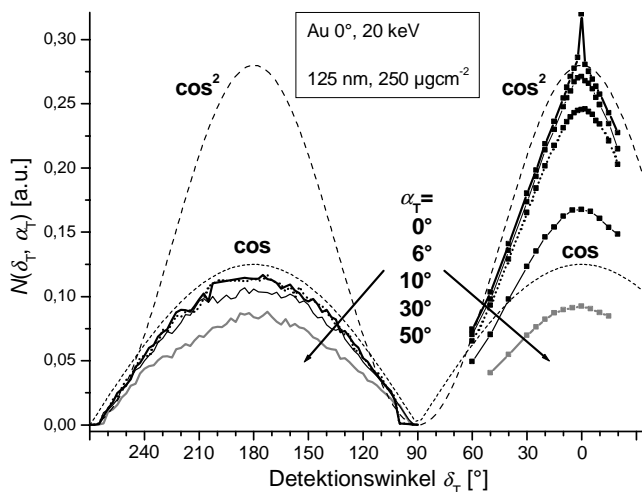
### 4.3.2 Messungen der Winkelverteilungen an Goldfilmen

Abbildung 4.8 zeigt in Polardiagrammen die kompletten Winkelverteilungen der Vorwärts- und Rückstreuung an 50 nm und 125 nm dicken Goldfilmen. Die Winkelverteilungen sind über dem polaren Detektionswinkel  $\delta_T$  für verschiedene azimutale Detektionswinkel  $\alpha_T$  aufgetragen. Variiert wird ferner der Einfallswinkel  $\vartheta_T$  der Elektronen zwischen  $0^\circ$  und  $30^\circ$ .

Auffallende Eigenschaft der Winkelverteilungen ist der scharfe, schmale Peak in direkter Richtung des Primärstrahls auf der Transmissionsseite der Probe. Dieser Peak unabgelenkter Elektronen wird durch die Streumodelle (Kap. 4.3.1) nicht beschrieben, wurde jedoch von [Seidel 1972] ebenfalls beobachtet. Bei den Messungen der energieaufgelösten Winkelverteilungen wird sich herausstellen, daß es sich hierbei um energieverlustfreie Elektronen handelt. Die verwendeten Proben wurden im Lichtmikroskop und im REM untersucht, um sicherzustellen, daß die Proben keine Risse und Löcher aufweisen. In Proben mit sichtbaren Defekten ist die Rate der unabgelenkten Elektronen ungleich höher. In den vorliegenden Proben hingegen befindet sich nur ein Anteil von ca.  $10^{-4}$  der Primärelektronen in diesem Peak.

#### Goldfilm 125 nm, senkrechter Elektroneneinfall

Die Auswertung der Winkelverteilung gestreuter Elektronen erfolgt üblicherweise nicht in den räumlich anschaulichen Polardiagrammen, sondern bei kartesischer Auftragung, bei der der funktionelle Zusammenhang der Winkelverteilung besser zu sehen ist. Abb. 4.9 zeigt z. B. die Winkelverteilung der Streuung an dem 125 nm dicken Goldfilm in linearer Darstellung analog zu Abb. 4.8a). Die Elektronenrückstreuung ( $\delta_T=90^\circ - 270^\circ$ ) wird für alle azimuta-



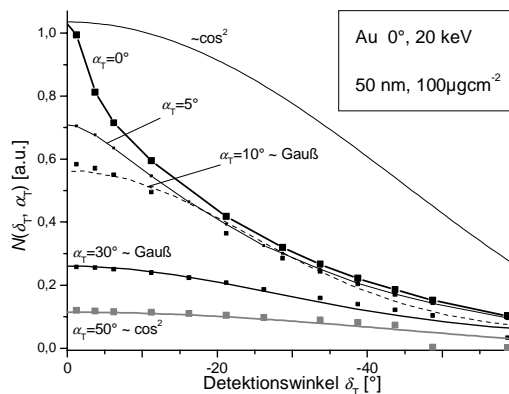
**Abb. 4.9:** Polarscans der Winkelverteilung an 125 nm Au analog zu Abb. 4.8a) in kartesischer Darstellung und Vergleich mit cos-Funktion (Rückdiffusion) und  $\cos^2$ -Funktion (Diffusion)

len Detektionswinkel  $\alpha_T$  gut durch  $\cos$ -Funktionen (in Abb. 4.9 gestrichelt) beschrieben. Dieses Ergebnis ist bereits von der Rückstreuung an massiven Proben (Kap. 4.1) bekannt. Die Winkelverteilungen der Transmission lassen sich gut durch Gaußfunktionen entsprechend der Vielfachstreuungstheorie (Gl. 4.9) beschreiben, die desto breiter sind, je größer der azimutale Detektionswinkel  $\alpha_T$  ist. Jedoch sind diese Gaußfunktionen nicht sehr viel schmäler als eine  $\cos^2$ -Verteilung (in Abb. 4.9 gestrichelt). Das läßt sich damit erklären, daß nach Gl. (4.7) in dem 125 nm dicken Goldfilm im Mittel 62 elastische Stöße stattfinden; wir uns also deutlich am Übergang vom Vielfachstrebereich zur Diffusion befinden. Für alle  $\alpha_T > 30^\circ$  werden die Winkelverteilungen dann auch durch eine  $\cos^2$ -Funktion beschrieben, so daß hier nach Kapitel 4.3.1 der Diffusionsbereich erreicht ist.

#### Goldfilm 50 nm, senkrechter Elektroneneinfall

Die Winkelverteilung an dünnen Proben ist erheblich von der Schichtdicke abhängig. Daher wurde als nächstes ein 50 nm dicker Goldfilm verwendet, Abb. 4.8c) und 4.10. Die Rückstreuverteilung ist nun nicht mehr kosinusförmig, in Abb. 4.8c) ist die Rückstreuverteilung als oben abgeflachter Kreis zu sehen. Dieser Einfluß der Schichtdicke auf die Rückstreuverteilung und ihre Abflachung gegenüber dem Kosinus wurde ausgiebig von [Seidel 1972] für verschiedene Materialien und Energien untersucht. Die beobachtete Abflachung wird durch die mit abnehmender Schichtdicke ebenfalls abnehmende Diffusion erklärt. Damit tritt bei dünnen Schichten die Anisotropie des elastischen Streuquerschnitts hervor. Bei dem hier verwendeten 50 nm Goldfilm ist „nur“ eine Abflachung der kugelförmigen Rückstreuverteilung zu beobachten. Bei noch dünneren Filmen (bzw. höheren Energien) beobachtete [Seidel 1972] sogar herzförmige Verteilungen.

Die Vorwärtsstreuung an dem 50 nm Goldfilm ist nach Gl. (4.7) im Mittel durch 25 elastische Streuprozesse geprägt. Somit ist die Winkelverteilung der transmittierten Elektronen deutlich spitzer als an dem 125 nm dicken Goldfilm. Abb. 4.10 zeigt die Transmissionswinkelverteilung für  $\delta_T=0^\circ \dots -60^\circ$ , die symmetrisch um  $\delta_T=0^\circ$  ist. In dieser Abbildung lassen sich gut die verschiedenen Streubereiche beobachten. Für die Detektionswinkel  $\alpha_T=0^\circ$  und  $5^\circ$  ist die Winkelverteilung deutlich spitzer als jede Gaußfunktion, was für den Mehrfachstrebereich charakteristisch ist. Für die Detektionswinkel  $\alpha_T=10^\circ$  und  $30^\circ$  ist die Winkelverteilung gut durch Gaußfunktionen mit zum Detekti-



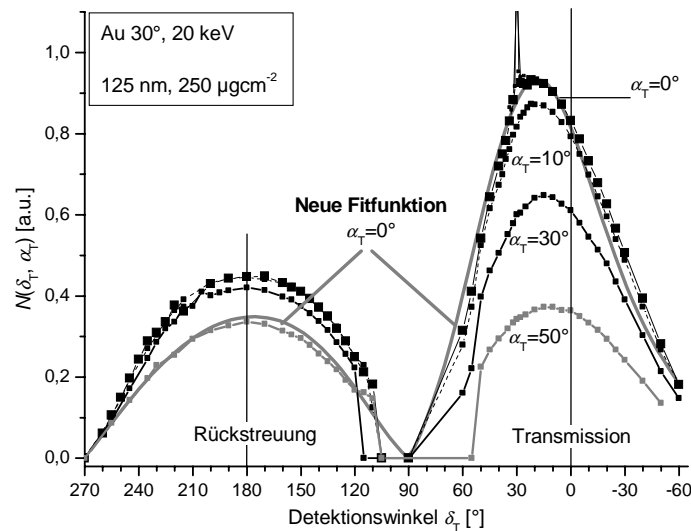
**Abb. 4.10:** Polarscans der Winkelverteilung transmittierter Elektronen an 50 nm Au analog zu Abb. 4.8c) in kartesischer Darstellung für  $\delta_T=0^\circ \dots -60^\circ$

onswinkel proportionaler Halbwertsbreite beschreibbar; das ist charakteristisch für den Vielfachstrebereich. Für den Detektionswinkel  $\alpha_T=50^\circ$  ist die Winkelverteilung schließlich durch eine  $\cos^2$ -Funktion gegeben, da hier der Diffusionsbereich erreicht ist.

Die vorgestellten Winkelverteilungen der Vorwärts- und Rückstreuung an dünnen Schichten bei senkrechtem Elektroneneinfall stimmen gut mit den Messungen von [Seidel 1972] und [Cosslett 1964] überein, die die gleichen Möglichkeiten der Meßwertbeschreibung durch Gauß- und  $\cos^2$ -Funktionen finden. Die zitierten Messungen sind stets bei dem azimuthalen Detektionswinkel  $\alpha_T=0^\circ$  entstanden. Die Messungen dieser Arbeit erweitern die Aussagen auf größere azimuthale Detektionswinkel: Es wird beobachtet, daß die (Polarscans der) Winkelverteilung der transmittierten Elektronen mit zunehmenden azimuthalen Detektionswinkel verbreitert wird. Elektronen, die die Probe unter großem azimuthalen Winkel verlassen, haben einen längeren Weg im Material zurückgelegt und dabei mehr Streuprozesse erfahren. Die Obergrenze der Verbreiterung der Winkelverteilung ist wiederum die  $\cos^2$ -förmige Diffusionsverteilung.

#### 4.3.3 Neue Funktion zur vollständigen Beschreibung der Winkelverteilung transmittierter Elektronen bei schiefwinkligem Einfall

Die Winkelverteilungen aus Abb. 4.8a), 4.8c), 4.9 und 4.10 sind verständlicherweise symmetrisch zur Elektronenstrahlrichtung  $\delta_T=0^\circ$  bzw. zur Targetnormalen  $\delta_T=180^\circ$ , da die Primärelektronen senkrecht auf die Probe treffen. Diese Symmetrie verschwindet, wenn die Elek-



**Abb. 4.11:** Komplette Winkelverteilung der Streuung an einem 125 nm Goldfilm in Rückstreuung und Transmission bei schiefwinkligem Elektroneneinfall und neue Funktion zur Beschreibung dieser Verteilung (grau)

tronen schiefwinklig einfallen. Die Polardiagramme in Abb. 4.8b) und 4.11 zeigen die Verbiegungen der Streuverteilungen auf der Rückstreu- bzw. Transmissionsseite der Probe. Die Rückstreuverteilung wird von der Targetnormalen weggebogen. Die Transmissionswinkelverteilung ist von der Richtung des Primärstrahls weggebogen. Diese Verbiegungen lassen sich gleichwohl auch in der kartesischen Darstellung (Abb. 4.11) sehen, in der die Winkelverteilungen nicht symmetrisch zu  $\delta_T=0^\circ$  bzw.  $\delta_T=180^\circ$  sind. Auf der Rückstreuseite ist diese Verbiegung durch die vorwärtsgerichtete elastische Streuung bedingt und auf der Transmissionsseite durch Diffusion und Vielfachstreuung.

Aufgrund der Asymmetrie der Winkelverteilung gelingt jetzt die Beschreibung mit den bekannten Funktionen der Streumodelle (Kap. 4.3.1) nicht mehr. Daher wird eine neue Funktion verwendet, der die folgenden physikalischen Ideen zugrunde liegen:

- Sowohl in Transmissions- als auch in Rückstreurichtung tritt Diffusion auf, die symmetrisch zur Targetnormalen ist, unabhängig vom Winkel der einfallenden Elektronen. Diese Diffusion wird durch eine  $\cos$ -Funktion um die Targetnormale beschrieben.
- Auf der Transmissionsseite tritt Vielfachstreuung in Erscheinung, die durch eine Gaußfunktion nach Gl. 4.9 beschrieben wird. Die Breite dieser Gaußfunktion wird aus den Messungen an derselben Probe bei senkrechtem Elektroneneinfall (Abb. 4.8a) und 4.9) ermittelt. Die Vielfachstreuung ist vorwärtsgerichtet, d. h. die Verteilung ist nicht symmetrisch zur Targetnormalen, sondern symmetrisch zur Elektronenstrahlrichtung  $\delta_T=\vartheta_T$ , hier also  $\delta_T=30^\circ$ .
- Die Vielfachstreuung auf der Transmissionsseite muß auf den Bereich  $\delta_T=\pm 90^\circ$  begrenzt werden, wozu die Verteilung mit einer  $\cos(\delta_T)$ -Funktion multipliziert wird. Der physikalische Grund dieser Korrekturfunktion liegt in der Tatsache, daß der Weg der Elektronen im Target entsprechend einer  $\cos(\delta_T)$ -Funktion mit polarem Detektionswinkel  $\delta_T$  zunimmt. In Richtung der Targetoberfläche (d. h.  $\delta_T=+90^\circ$ , bzw.  $\delta_T=-90^\circ$ ) schließlich muß die Streuintensität verschwinden.
- Auf der Rückstreuseite tritt ebenfalls Vielfachstreuung in Erscheinung: Analog zur Transmission wird diese durch eine Gaußfunktion beschrieben, die symmetrisch um  $\delta_T=180-\vartheta_T$ , hier  $\delta_T=150^\circ$  (Abb. 4.8b) und 4.11), die aus denselben Gründen mit  $\cos(\delta_T)$  multipliziert wird.

Damit ergibt sich die folgende Winkelverteilungsfunktion: (4.12)

$$N(\delta_T) = A \cdot \left[ \underbrace{B \cos(\delta_T) \exp\left(-\frac{\delta_T - \vartheta_T}{\delta_0}\right)^2}_{\text{Vielfachstreuung Transmissionsseite um } \vartheta_T \text{ verschoben}} + \underbrace{C(\vartheta_T) \cos(\delta_T) \exp\left(-\frac{\delta_T - (180 - \vartheta_T)}{\delta_0}\right)^2}_{\text{Vielfachstreuung Rückstreuseite um } (180^\circ - \vartheta_T) \text{ verschoben}} + \underbrace{|\cos(\delta_T)|}_{\text{Diffusion beider-seitig}} \right]$$

Vielfachstreuung Transmissionsseite um $\vartheta_T$ verschoben	Vielfachstreuung Rückstreuseite um $(180^\circ - \vartheta_T)$ verschoben	Diffusion beider- seitig
---	---	--------------------------------

$\delta_T$ : polarer Detektionswinkel

$\vartheta_T$ : Einfallswinkel der Elektronen zur Targetnormalen

$\delta_0$ : „Breite“ der Gaußfunktionen, die die Winkelverteilung bei senkrechtem Einfall fitten

B: Verhältnis zwischen Diffusion und Vielfachstreuanteil aus den Messungen

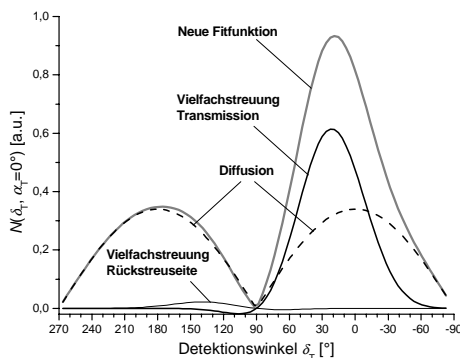


- bei senkrechtem Einfall  
 $C(\vartheta_T)$ : Anpassung des Vielfachstreuanteils auf der Rückstreuseite an die Form der gemessenen Rückstreuverteilung  
 A Anpassung der Funktion an Meßwerte

Diese neue Winkelverteilungsfunktion und ihre einzelnen Komponenten sind beispielhaft in Abb. 4.12 dargestellt. Die Parameter A und  $C(\vartheta_T)$  müssen für jeden Winkel des Elektroneneinfalls neu bestimmt werden, während die Parameter  $\delta_0$  und B einmal aus der Messung bei  $\vartheta_T=0^\circ$  bestimmt werden und dann für alle Einfallswinkel gelten. Die neue Funktion kann die Breite und die Verkipfung der transmittierten Winkelverteilung in Abhängigkeit des Elektroneneinfalls  $\vartheta_T$  vorhersagen. In diese Vorhersage gehen nur die Parameter  $\delta_0$  und B ein, die aus der Messung bei senkrechtem Elektroneneinfall bestimmt werden.

Die entsprechende Funktion der Winkelverteilung an 125 nm Au unter  $30^\circ$  Elektroneneinfall ist in Abb. 4.11 eingezeichnet, wobei die Fitparameter  $\delta_1=50$ ,  $B=2$  und  $C=0,1$  verwendet wurden. Die Qualität dieser Funktion ist darin zu sehen, daß auf der Transmissionsseite die Verkipfung der Verteilung gegenüber der Targetnormalen automatisch richtig beschrieben wird. In die Funktion ist dabei nur die Information über das Verhältnis aus Diffusion zu Vielfachstreuung (Parameter B), das aus den Messungen bei senkrechtem Einfall gewonnen wurde, und der Winkel  $\vartheta_T$  des Elektroneneinfalls eingegangen. In Abb. 4.11 ist  $\vartheta_T=30^\circ$  und sowohl die gemessene als auch die modellierte Winkelverteilung liefern den wahrscheinlichsten Streuwinkel  $\delta=(19\pm 1)^\circ$ . Schwachpunkt der Funktion ist, daß die Intensität der Rückstreuverteilung zu klein angegeben wird. Somit ist sie nur für die Winkelverteilung transmittierter Elektronen anwendbar. Ferner ist sie nur für kleine azimutale Detektionswinkel  $\alpha_T$  geeignet, da für große Detektionswinkel  $\alpha_T$  die Winkelverteilung, wie oben bereits mehrfach angemerkt, nur der Diffusion gleicht. Jedoch ist es denkbar, in diesem Fall eine zu (4.12) analoge Funktion zusammenzusetzen.

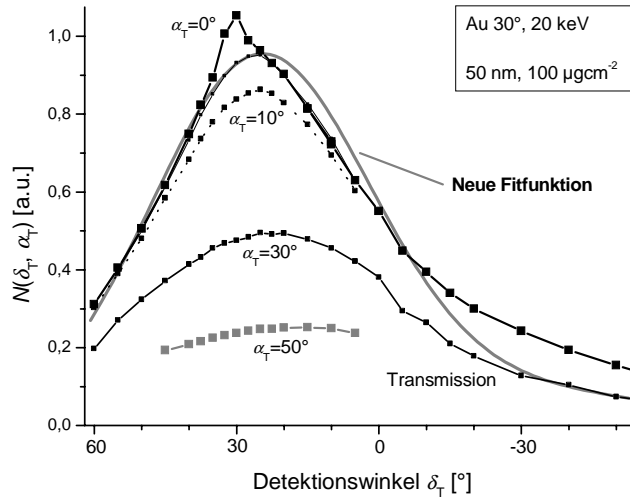
In der Literatur sind keine Messungen bei schiefwinkligem Elektroneneinfall bekannt, so daß kein Vergleich erfolgen kann. Ferner sind die analytischen Modelle [Niedrig 1981,



**Abb. 4.12:** Bestandteile der neu gefundenen Funktion zur Beschreibung der Winkelverteilung von an dünnen Proben gestreuten Elektronen bei schiefwinkligem Elektroneneinfall

1984, Kaczmarek 1987] nicht für transmittierte Winkelverteilungen ausgelegt. Es ist jedoch von S. Zaitsev geplant [Zaitsev 2000], die Monte-Carlo-Simulation auf vollständige Winkelverteilungen auch an transmittierenden Filmen auszuweiten. Für die Verifizierung der Simulation wird diese Winkelverteilungsfunktion insbesondere interessant sein, wenn diese den Einfluß von dünnen Deck- oder Inlayschichten auf die im Rasterelektronenmikroskop registrierten Signale von Mehrschichtproben beschreiben sollen [Kaczmarek 1987, Niedrig 1998].

Zum Vergleich soll die neu gefundene Winkelverteilungsfunktion auf einen 50 nm Goldfilm angewendet werden, Abb. 4.8d) und 4.13. Hier ergibt sich die oben beschriebene Schwierigkeit, daß für die Detektionswinkel  $\alpha_T=0^\circ$  und  $5^\circ$  die Winkelverteilung deutlich spitzer als jede Gaußfunktion ist. In 50 nm Gold finden zu wenig Streuprozesse statt, um die Vielfachstreuungstheorie anzuwenden. Dennoch wird die Winkelverteilung, so gut es geht, durch Gaußfunktionen dargestellt, die dann in die neue Verteilungsfunktion (4.12) eingehen. Abb. 4.13 zeigt das Ergebnis für eine Verteilungsfunktion mit  $\delta_0=35$  und  $B=8,54$ . Die Übereinstimmung ist überraschend gut, die Verkipfung und die Breite der Winkelverteilung werden wiederum gut wiedergegeben, lediglich für  $\delta_T < 0^\circ$  wird eine zu kleine Intensität vorausgesagt. Offensichtlich wird der Diffusionsanteil unterschätzt.

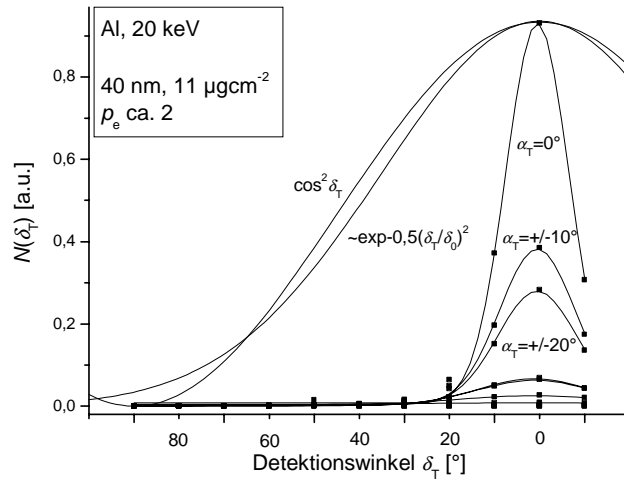


**Abb. 4.13:** Komplette Winkelverteilung der Streuung an einem 50 nm Goldfilm in Transmission bei schiefwinkligem Elektroneneinfall und neue Funktion zur Beschreibung dieser Verteilung (grau)

#### 4.3.4 Messungen der Winkelverteilungen an Aluminiumfilmen

Bisher wurden an Goldfilmen der Vielfachstrebereich und die Grenze zum Mehrfachstrebereich (s. Kap. 4.3.1) untersucht. Die untere Grenze des Mehrfachstrebereiches und eventuell der Übergang zum Einzelstrebereich sind mit Goldfilmen nur schwer zu erreichen, da es unmöglich ist, freitragende 1 nm dünne Proben herzustellen. Daher wurden diese Messungen an Aluminiumfilmen durchgeführt, in denen die mittlere freie Weglänge ungefähr 7fach größer ist. Tatsächlich ist ein ca. 40 nm dicker Aluminiumfilm viel leichter zu präparieren als ein ca. 6 nm dicker Goldfilm, obwohl beide dieselbe Massendicke haben.

Abb. 4.14 zeigt die Winkelverteilung an einem 40 nm dicken Aluminiumfilm anhand von Polarscans  $\delta_T$  für verschiedene azimutale Detektionswinkel  $\alpha_T$ . Diese Schichtdicke ent-

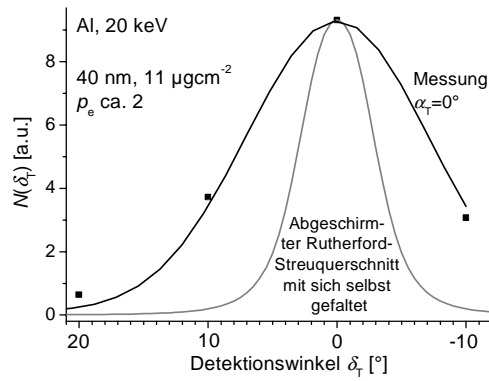


**Abb. 4.14:** Polarplots zu verschiedenen azimutalen Detektionswinkeln  $\alpha_T$  der Winkelverteilung transmittierter Elektronen und Vergleich mit einer  $\cos^2$ -Verteilung (Diffusion) und einer Gaußfunktion mit dem mittleren Streuwinkel  $\delta_0 = 35^\circ$  (Vielfachstreuung)

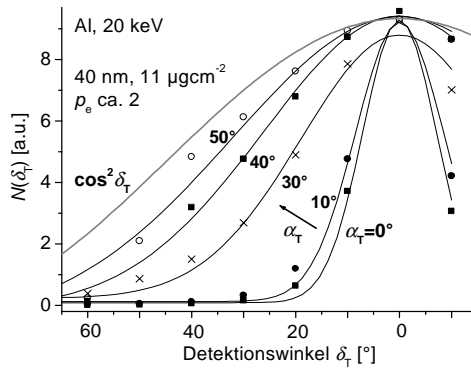
spricht einer Massendicke von 11  $\mu\text{gcm}^{-2}$  oder  $p_e \approx 1,8$  elastischen Stößen. Die Winkelverteilung ist erheblich schmäler als die der Diffusion oder die der Vielfachstreuungstheorie.

Wenn in dem 40 nm-Aluminiumfilm im Mittel ungefähr 2 elastische Stöße stattfinden, dann müßte nach der Mehrfachstreuungstheorie die Winkelverteilung der transmittierten Elektronen mit dem abgeschirmten Rutherford-Streuquerschnitt (2.5), einmal mit sich selbst gefaltet, übereinstimmen (Gl. 4.8). Dies ist in Abb. 4.15 aufgetragen, wobei der Abschirmparameter  $\alpha = 9,4 \cdot 10^{-4}$  nach (Gl. 2.5) eingesetzt wurde. Durch die Faltung erhöht sich die Halbwertsbreite des Streuquerschnitts von ca.  $4,8^\circ$  auf  $6,5^\circ$  und bleibt damit deutlich unter der Halbwertsbreite von ca.  $17^\circ$  der gemessenen Winkelverteilung. Die Mehrfachstreuungstheorie vernachlässigt jedoch die unelastischen Streuprozesse. In Aluminium beträgt die mittlere elastische freie Weglänge bei 20 keV  $\Lambda_{el} = 21$  nm (Tab. 4.2). Wird noch die unelastische Streuung berücksichtigt, reduziert sich die totale mittlere freie Weglänge auf  $\Lambda = 8$  nm, entsprechend 5 Streuprozessen in der 40 nm Aluminiumschicht. Die unelastischen Streuungen werden die Winkelverteilung der transmittierten Elektronen weiter aufweiten. Dies ist insbesondere bei Aluminium der Fall, bei dem die totalen elastischen und unelastischen Streuquerschnitte bis auf den Faktor 1,5 gleich groß sind [Reimer 1998]. Bei Goldproben ist der elastische Streuquerschnitt ungefähr 5fach größer als der unelastische, so daß hier die Mehrfachstreuungstheorie voraussichtlich gut anwendbar wäre; jedoch war es unmöglich, entsprechend dünne Goldfilme zu präparieren (s.o.).

Die Mehrfachstreuungstheorie, basierend nur auf elastischen Streuquerschnitten, ist insbesondere bei leichten Streumaterialien zur Beschreibung der Winkelverteilungen transmittierter Elektronen ungeeignet.



**Abb. 4.15:** Maximum der Winkelverteilung der transmittierten Elektronen im Vergleich zu dem mit sich selbst gefalteten Rutherford-Streuquerschnitt mit der Abschirmung  $\alpha=0.009$



**Abb. 4.16:** Alle Polarscans aus Abb. 4.14 auf dieselbe Maximalhöhe skaliert und Vergleich mit Diffusionsverteilung  $\cos^2(\delta_T)$

Die in Kap. 4.3.1 eingeführten Streutheorien beziehen sich immer auf das Maximum der Streuverteilung, die in diesen Messungen durch  $\alpha_T = 0^\circ$  gegeben sind. Sie sind nicht in der Lage, die Streuverteilung für höhere azimutale Streuwinkel zu beschreiben. Abb. 4.16 zeigt die Polarscans aus Abb. 4.14 skaliert auf denselben Maximalwert. Offensichtlich strebt die Winkelverteilung für Streuwinkel  $\alpha_T > 50^\circ$  gegen die  $\cos^2$ -förmige Diffusionsverteilung. Hierbei muß es sich um vielfach gestreute Elektronen handeln, die mehr als 25 Streuprozesse durchlaufen haben und die im Streumedium gegenüber der Probendicke einen erheblich längeren Weg zurückgelegt haben. Ihr Anteil (ca.  $10^{-4}$ ) an den transmittierten Elektronen ist jedoch äußerst gering. Damit läßt sich aus Abb. 4.16 in Übereinstimmung mit den Messungen an den Goldfilmen Abb. 4.8-4.13 das Ergebnis gewinnen, daß die Winkelverteilung transmittierter Elektronen für große Detektionswinkel  $\alpha_T$  stets gegen eine Diffusionsverteilung strebt, und zwar unabhängig von Material und Schichtdicke.

Die mit der Monte-Carlo-Simulation von S. Zaitsev gewonnenen Winkelverteilungen transmittierter Elektronen zeigen (noch) Abweichungen von den gemessenen. Immerhin konnte ein augenfälliger Fehler der Simulation, eine Unstetigkeitsstelle beim Streuwinkel  $10^\circ$  (s. Kap. 2.6), anhand dieser Messungen erkannt und behoben werden.

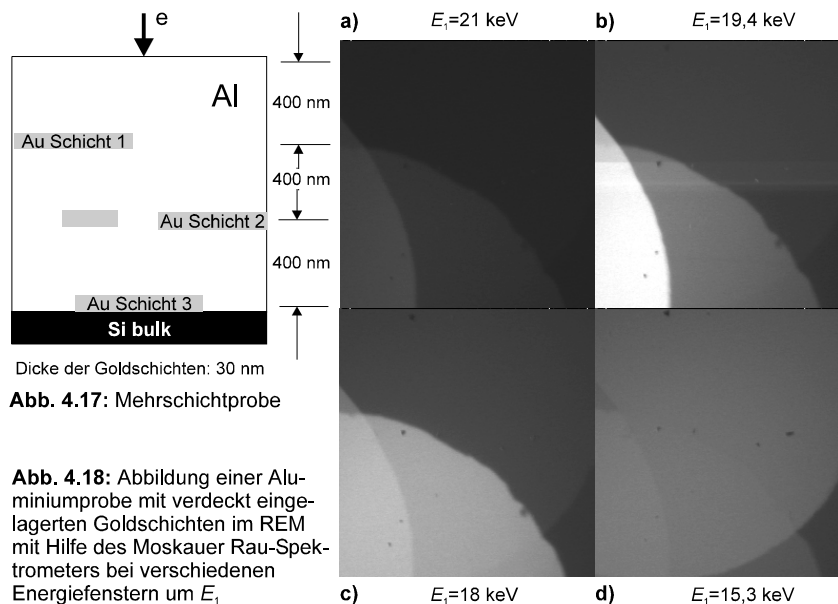
#### 4.4 Spektren aufgenommen mit den Rau-Spektrometern

Die Rau-Spektrometer stellen einen vielversprechenden Detektor zur Analyse von Mehrschichtproben im SEM dar (s. Kap. 3.5). Dabei können sogar Bilder von verdeckten Schichten, die in einer massiven Probe eingebaut sind, aufgenommen werden. Dieser Vorzug der Rau-Spektrometer soll zunächst in Kap. 4.4.1 dargestellt werden.

Die Charakterisierung dieser Spektrometer (Kap. 3.5.3 und 3.5.4) zeigte, daß die Transmissionscharakteristik komplexe Strukturen aufweist, die insbesondere stark von der Konfiguration des Spektrometers abhängen. Damit sind die Rau-Spektrometer zur Aufnahme von „physikalischen“ Spektren, anhand derer direkte Aussagen über Streumechanismen gemacht werden können oder die der Verifikation von Modell und Simulationen dienen, nur begrenzt geeignet. In den Kap. 4.4.2 und 4.4.3 werden mit den Rau-Spektrometern mögliche Messungen der Rückstreu-Energieverteilungen an massiven und dünnen Metallproben gezeigt.

##### 4.4.1 Abbildung verdeckter Schichten in Mehrschichtsystemen

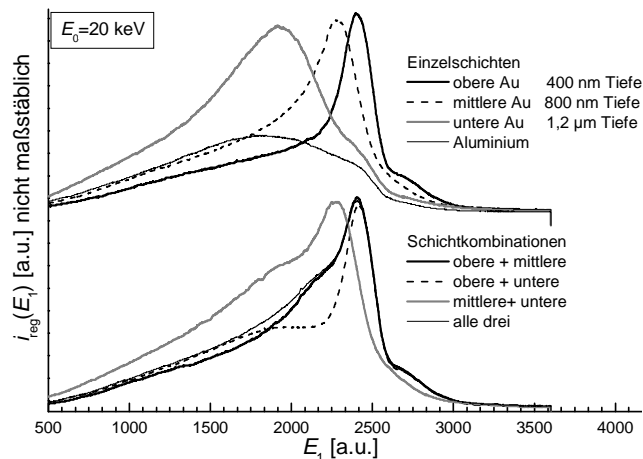
Im Rahmen des ersten Forschungsaufenthalts bei Prof. Rau in Moskau konnten an dem Moskauer Rau-Spektrometer, eingebaut im dortigen Rasterelektronenmikroskop CSM-35 (JEOL), die im folgenden dargestellten Messungen gemacht werden, die die grundlegende



Möglichkeit der Mikrotomographie [Niedrig 1998] mit dem Rau-Spektrometer zeigt. Für diese Untersuchungen wurde eine Probe aus aufgedampften Gold und Aluminium verwendet. Abb. 4.17 zeigt den prinzipiellen Aufbau aus 30 nm dicken Goldschichten im Abstand von 400 nm eingebettet in Aluminium. Die Goldschichten in den verschiedenen Ebenen bestehen aus Kreisscheiben, die sich von oben durch die Probe betrachtet teilweise überschneiden. Abb. 4.18 zeigt die Abbildung dieser Probe im REM, aufgenommen mit dem Moskauer Rau-Spektrometer und einem standardmäßigen Photomultiplierdetektor. Am Spektrometer befindet sich ein 0,5 mm breiter Austrittsschlitz, so daß die Energieauflösung ca. 4% (Energiefenster von  $E_i - 0,02E_i$  bis  $E_i + 0,02E_i$ ) beträgt. Die verschiedenen Bilder in Abb. 4.18 unterscheiden sich in der Ablenkspannung des Spektrometers und somit in der Energie  $(1 \pm 0,02)E_i$  der detektierten Elektronen. Da die Primärenergie der Elektronen 20 keV beträgt, werden bei einem Energiefenster um  $E_i = 21$  keV keine Elektronen detektiert (Abb. 4.18a). Bei einem Energiefenster um  $E_i = 19,4$  keV (Abb. 4.18b) erscheint die oberste Goldschicht hell. Es werden elastisch gestreute Elektronen detektiert, die in der Aluminium-Deckschicht der Probe insgesamt 0,6 keV Energie verloren haben. In Abb. 4.18b ist ferner zu sehen, daß auch an der 2. Goldschicht Elektronen rückgestreut und mit demselben Energieverlust detektiert werden. Bei einem Energiefenster um  $E_i = 18$  keV (Abb. 4.18c) erscheint die mittlere Goldschicht am hellsten. An der oberen hingegen werden kaum Elektronen mit einem Energieverlust 2 keV gestreut. Die unterste Goldschicht wird erst ab einem Energieverlust von ca. 3 keV sichtbar und sie erscheint am hellsten bei einem Energiefenster um  $E_i = 15,3$  keV (Abb. 4.18d). Die Probe erscheint schwarz für Energiefenster unterhalb 10 keV, d. h. dann bestehen keine Unterschiede mehr im Streuverhalten der 3 Goldschichten untereinander und zum Aluminiummaterial.

In diesem abbildenden Modus des Rau-Spektrometers im REM lassen sich also verdeckte Schichten eines Materials, das in ein anderes Material mit unterschiedlicher Ordnungszahl eingebettet ist, untersuchen. Z. B. ließen sich nun laterale Abmessungen oder Beschädigungen der verdeckten Schicht feststellen.

**Abb. 4.19:** Spektren an verschiedenen Stellen einer Aluminiumprobe mit eingelagerten Goldschichten (s.o.) aufgenommen mit dem Moskauer Rau-Spektrometer mit polierten Elektroden und 4% Energieauflösung; die Form der Spektren ist wesentlich durch die Transmissionscharakteristik des Spektrometers geprägt

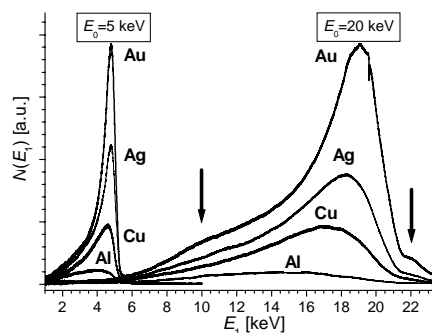


Die weitere Analyse der Probe im REM mit dem Rau-Spektrometer kann erfolgen, wenn der REM-Strahl nicht über die Probe gerastert wird, sondern an einer spezifischen Stelle plaziert wird und dann ein Spektrum aufgezeichnet wird. In Abb. 4.19 sind die Spektren der Probe aus Abb. 4.18 wiedergegeben, wobei der Strahl jeweils auf eine Probenstelle fixiert wird, an der sich entweder nur eine der drei Goldschichten oder eine Kombination befindet. Die Spektren zeigen eine für die eingelagerte Goldschicht charakteristische Form. Mit diesen Spektren (und eventuell weiterer bei anderen Primärenergien) und einer geeigneten Streutheorie oder Monte-Carlo-Simulation läßt sich nun sowohl auf die Tiefe der Einlagerung als auch auf deren Dicke schließen. Dieses Vorgehen, dessen prinzipielle Eignung nun gezeigt wurde, wurde theoretisch bereits behandelt [Niedrig 1998]. Die Möglichkeit, mit dem Rau-Spektrometer im REM verdeckte Schichten abzubilden, wurde schon mehrfach veröffentlicht [Rau1996, Berger 1997b, 1998b], jedoch meistens ohne die dazugehörigen Spektren analog zu Abb. 4.19.

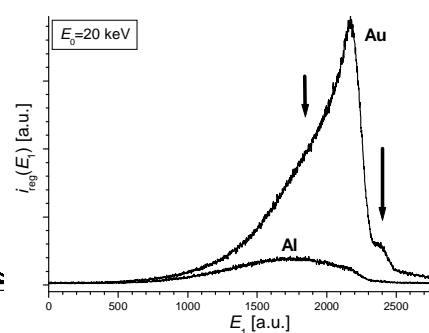
#### 4.4.2 Rückstreu-spektren an massiven Metallproben

In den Abb. 4.20 und 4.21 sind Rückstreu-spektren massiver Metalle, aufgenommen mit dem Moskauer bzw. Berliner Rau-Spektrometern, zu sehen. Es zeigen sich im Prinzip die aus der Literatur bereits bekannten Spektrumformen [Brand 1936, Bothe 1949, Kühlenkamp 1954, 1958, Sternglass 1954, Kanter 1957, Bishop 1965, Darlington 1972, Matsukawa 1974, Fitting 1975, Staub 1994, Gérard 1995], die durch eine geringe Energieauflösung (5-10%) gekennzeichnet sind. Lediglich [Bauer 1979] verwendet eine bessere Energieauflösung (0,1%) und erhält deutlich andere Spektrumformen mit einem separaten, schmalen Peak an der Stelle elastisch gestreuter Elektronen.

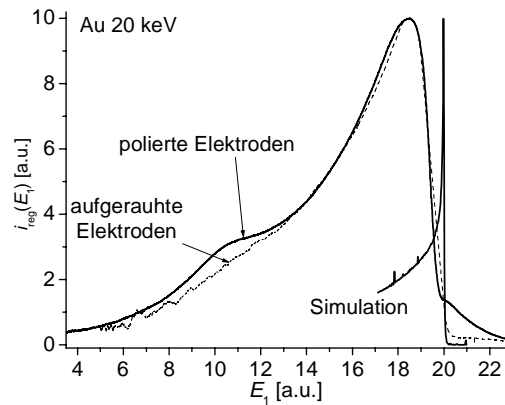
Bei den hier verwendeten Rau-Spektrometern muß ferner die komplexe Struktur der Transmissionscharakteristik, die in Kap. 3.5 dargestellt wurde, berücksichtigt werden. In die-



**Abb. 4.20:** Spektren massiver Metallproben bei verschiedenen Energien aufgenommen mit dem Moskauer Rau-Spektrometer mit polierten Elektroden und 8% Energieauflösung



**Abb. 4.21:** Spektren massiver Metallproben aufgenommen mit dem Berliner Rau-Spektrometer mit polierten Elektroden und 4% Energieauflösung



**Abb. 4.22:** Einfluß der Oberflächenrauigkeit der Elektroden des Moskauer Rau-Spektrometers auf Rückstreupektrien; vgl. Abb. 3.30

ser zeigten sich deutliche Anteile von Elektronen, die an den Elektroden reflektiert werden und zu den „Seitenpeaks“ führten. Diese „Seitenpeaks“ sind auch in den Rückstreupektrien in Abb. 4.20 und 4.21 wiederzufinden (mit Pfeilen markiert). Am Berliner Rau-Spektrometer zeigt sich nicht nur eine bessere Energieauflösung, sondern auch ein geringerer Anteil gestreuter Elektronen im unterem Spektralbereich.

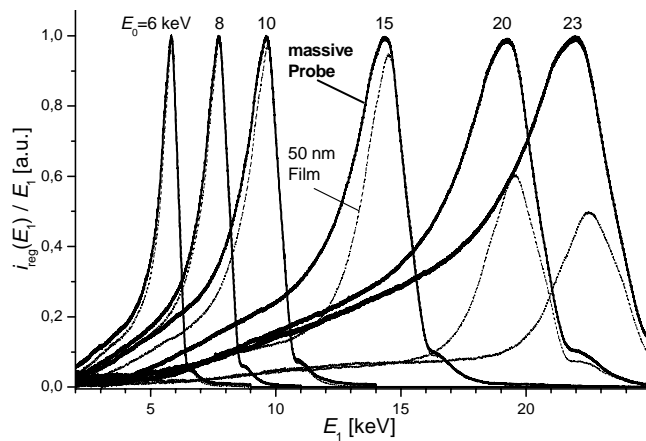
Wie bereits in Kap. 3.5.3 gezeigt wurde, lassen sich die „Seitenpeaks“ erheblich reduzieren, wenn die Elektrodenoberflächen durch eine dünne Graphitschicht aufgeraut werden (Abb. 3.30). Die Transmissionscharakteristik weist keine „Seitenpeaks“ mehr auf und auch in den Rückstreupektrien treten sie nicht mehr auf (Abb. 4.22).

Dennoch weicht auch das Rückstreupektrum mit den aufgerauhten Elektroden erheblich von den Ergebnissen einer Monte-Carlo-Simulation ab (Abb. 4.22), die sich in Kap. 4.5.1 anhand der hochaufgelösten Spektren als zutreffend erweist. Diese Abweichung ist durch die geringe Energieauflösung bedingt. Wird das simulierte Spektrum mit einer Gaußfunktion, deren Breite aus der Transmissionscharakteristik (Abb. 3.30) bestimmt wird, gefaltet, dann ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung mit dem Rückstreupektrum mit aufgerauhten Elektroden (Abb. 4.22). Bei der Faltung des simulierten Spektrums mit einer Transmissionscharakteristik mit „Seitenpeaks“ jedoch ergibt sich keine gute Übereinstimmung mit dem Rückstreupektrum bei polierten Elektroden (Abb. 4.22). In diesem Fall werden die „Seitenpeaks“ durch die Faltung überbetont. Bei den Untersuchungen der Transmissionscharakteristik stellte sich heraus, daß die Anzahl der Elektronen in den „Seitenpeaks“ kubisch und im Hauptpeak quadratisch von der Energie abhängen (Kap. 3.6). Selbst wenn diese unterschiedlichen Energieabhängigkeiten oder auch andere Energieabhängigkeiten bei der Faltung berücksichtigt werden, können nicht beide „Seitenpeaks“ der Rückstreupektrien (Abb. 4.20 und Abb. 4.21) gleichzeitig richtig simuliert werden.



#### 4.4.3 Rückstreupektren an dünnen freitragenden Metallfilmen

Es soll ein einfaches Verfahren zur Messung der Schichtdicke eines dünnen freitragenden Metallfilmes mit Hilfe des Rau-Spektrometers gezeigt werden. Grundlegende Idee ist dabei, daß die Austrittstiefe der Elektronen von der Primärenergie abhängt. Daher müssen die Rückstreupektren einer dünnen freitragenden Schicht bei Primärenergien kleiner einer spezifischen Energie  $E_0$  den Spektren einer massiven Probe bei derselben Energie gleichen. Abb. 4.23 zeigt den Vergleich der Rückstreupektren an einem 50 nm dicken Metallfilm (dünne Linien) und an massivem Gold (dicke Linie) bei verschiedenen Primärenergien  $E_0$ . Zunächst fällt auf, daß die Spektren der 50 nm-Schicht schmaler sind, also treten weniger unelastisch gestreute Elektronen auf. Ferner ist aber auch die Höhe des Maximums im Bereich kleiner Verluste bei der 50 nm-Schicht geringer, was auch bedeutet, daß weniger Elektronen elastisch gestreut werden. An der massiven Probe tritt elastische Streuung auch in tiefen Schichten der Probe auf und nicht nur in der Deckschicht.



**Abb. 4.23:** Rückstreupektren an massiven (dicke Linien) und 50 nm freitragenden (dünne Linien) Goldfilmen bei verschiedenen Primärenergien aufgenommen mit dem Moskauer Rau-Spektrometer im Berliner DSM

In Abb. 4.23 gleichen sich für Energien  $E_0$  kleiner 8 keV die Spektren von dünner Schicht und massiver Probe. Setzt man diese Energie in die Energie-Reichweite-Formel

$$R_E = 10,0 \cdot E_0^{1,43} \quad (4.13)$$

ein [Drescher 1970], erhält man eine Reichweite von  $R_E = 101$  nm. Die untersuchte Schicht hat dann die Dicke der halben Reichweite, hier 50 nm, was sehr gut mit den Ergebnissen der anderen Schichtdickenmeßmethoden übereinstimmt (s. Kap. 3.6). Der Fehler ist mit  $\pm 10\%$  jedoch recht hoch.

#### 4.5 Hochauflösende Energie- und Winkelverteilungen der Elektronenstreuung

Dieses Kapitel stellt die Ergebnisse der hochaufgelösten Messungen der Energie- und Winkelverteilungen zusammen, die mit dem sphärischen Spektrometer in der Streuapparatur (Kap. 3.1 und 2) entstanden sind. Diese Messungen gaben unter anderem den endgültigen Beweis, daß die Monte-Carlo-Simulation von S. Zaitsev mit statistischen Energieverlustfluktuationen zu zutreffenden Ergebnissen führt.

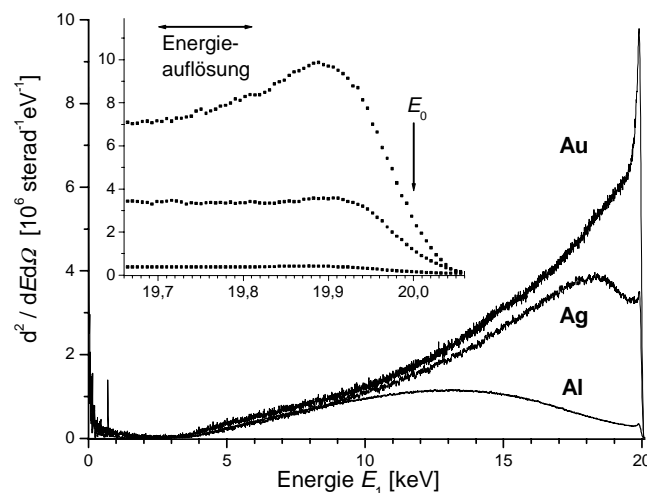
##### 4.5.1 Rückstreuenspektren an massiven Proben bei senkrechtem Einfall

Abbildung 4.24 zeigt die mit dem sphärischen Spektrometer und einer Energieauflösung von 0,55% aufgenommenen Rückstreuenspektren. Die Detektion erfolgt hierbei unter  $20^\circ$  zur Targetnormalen mit einer  $700\text{ }\mu\text{m}$ -Blende, entsprechend einem Raumwinkel von  $3 \cdot 10^{-5}\text{ sr}$ , am Spektrometereingang. Die Kalibrierung der Abszisse erfolgt auf  $\pm 3\text{ eV}$  genau aus den Charakterisierungsmessungen (Kap. 3.4) anhand der Kanalnummer des D/A-Wandlers. Die Kalibrierung der Ordinate gestaltet sich komplizierter und berücksichtigt 4 Korrekturen:

- 1) Die Meßwerten werden durch den Raumwinkel  $\Omega = \pi r^2 / R^2$  dividiert ( $r$ : Radius der Eintrittsblende,  $R$ : Abstand der Eintrittsblende zum Streuzentrum).
- 2) Die gemessenen Streuraten werden auf einen Primärelektronenstrom von  $1\text{ Elektron}\cdot\text{s}^{-1}$  normiert.
- 3) Division durch die Energie, um die lineare Energieabhängigkeit der Transmissionscharakteristik des Spektrometers (Kap. 3.4) zu berücksichtigen und Division durch die Breite des Energiefensters des Spektrometers (hier  $110\text{ eV}$  bei  $20\text{ keV}$ ).
- 4) Der digitale Wert von A/D-Wandler und Ratemeter wird in eine Elektronenrate zurückgerechnet.

Die in Abb. 4.24 eingetragenen quantitativen Spektren entstanden bei einem Elektreneinfall unter  $0^\circ$  zur Normalen und der Detektion unter  $20^\circ$  (entspricht dem Streuwinkel  $160^\circ$ ) dazu. Für diesen Detektionswinkel entspricht die Form der Energieverteilung ungefähr der von Energieverteilungen, die über alle Detektionswinkel integriert sind. Die Spektren der verschiedenen Materialien in Abb. 4.24 zeigen unterschiedliches Rauschen, da unterschiedliche Ratemetereinstellungen verwendet wurden. Für  $E_1$  gegen Null nimmt die Streuraten scheinbar wieder zu, was jedoch nur durch die Division durch die Energie bedingt ist. Unterhalb von  $E_1 = 3\text{ keV}$ , der unteren Energieschwelle des Elektronendetektors, sind die Meßergebnisse aussageelos. Die Ausschnittsvergrößerung in Abb. 4.24 zeigt den Bereich des Spektrums nahe der Primärelektronenenergie. Das lokale Maximum der Energieverteilungen befindet sich nicht bei der Primärenergie, sondern bei einem materialspezifischen Energieverlust in der Größenordnung von einigen  $10\text{ eV}$ . Dieses Ergebnis überrascht zunächst und wird durch Messungen transmittierter Elektronen an dünnen Filmen (Kap. 4.5.3) bzw. von Rückstreuenspektren an Kristallen (Kap. 4.6) bestätigt. Mit zunehmenden Energieverlust nimmt die Elektronenzahl im Goldspektrum stark ab, während sich bei Silber und Aluminium ein weite-

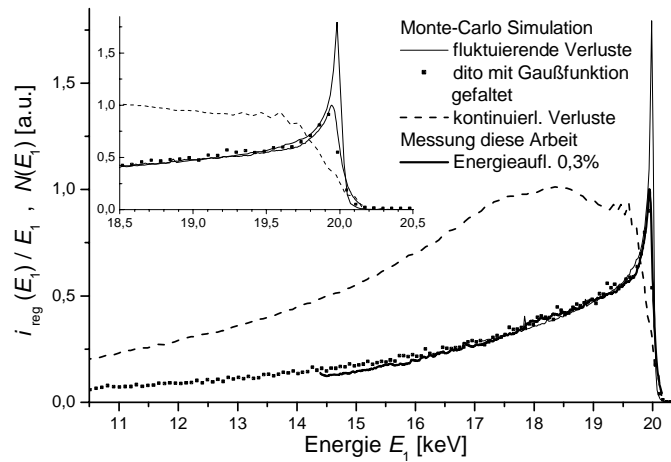
res lokales Maximum (auch wahrscheinlichste Energie genannt) bei einem Energieverlust von 1,75 keV (Ag) bzw. 6,88 keV (Al) ergibt.



**Abb. 4.24:** Quantitative Rückstreuenspektren massiver Metalle mit folgenden Korrekturen der doppelt differentiellen Rückstreurrate: 1) Raumwinkel, 2) Strahlstrom, 3) lineare Energieabhängigkeit der Transmissionscharakteristik und der Energieauflösung (0,55%) des Spektrometers, 4) Ratemetereinstellung; senkrechter Elektroneneinfall; Detektion unter 20° zur Targetnormalen

#### Monte-Carlo-Simulation

Mit den hochauflösten Spektren konnte nachgewiesen werden, daß die Berücksichtigung von statistischen Energieverlustfluktuationen in Monte-Carlo-Simulationen zu richtigen Ergebnissen führt. Dies wird in Abb. 4.25 anhand von Rückstreuenspektren an massivem Gold bei senkrechtem Elektroneneinfall veranschaulicht. Die glatte dünne Kurve zeigt das Ergebnis der Simulation [Zaitsev 1999b] mit statistischen Verlustfluktuationen (über alle Detektionswinkel gemittelt), die unterbrochene Linie zeigt dieselbe Simulation mit kontinuierlichen Energieverlusten nach der Betheformel. Diese simulierten Spektren stimmen nicht mit der Messung (dicke Linie) überein, solange die Verfälschung der Messung durch die Transmissionscharakteristik des Spektrometers vernachlässigt wird. In der gezeigten Messung sind 310-µm-Blenden verwendet worden, die die Energieauflösung auf 0,3% reduzieren. Dennoch wird die exzellente Übereinstimmung mit der Simulation (Punkte in Abb. 4.25) erst erreicht, wenn die Simulation mit einer Gaußfunktion der Breite  $0,003 \cdot E_1$  gefaltet wird. Diese Faltung berücksichtigt die Transmissionscharakteristik des Spektrometers. In [Zaitsev 1999a] befinden sich Simulationen der Rückstreuenspektren an weiteren Materialien, die eine entsprechend gute Übereinstimmung mit den Messungen (Abb. 4.24) zeigen.



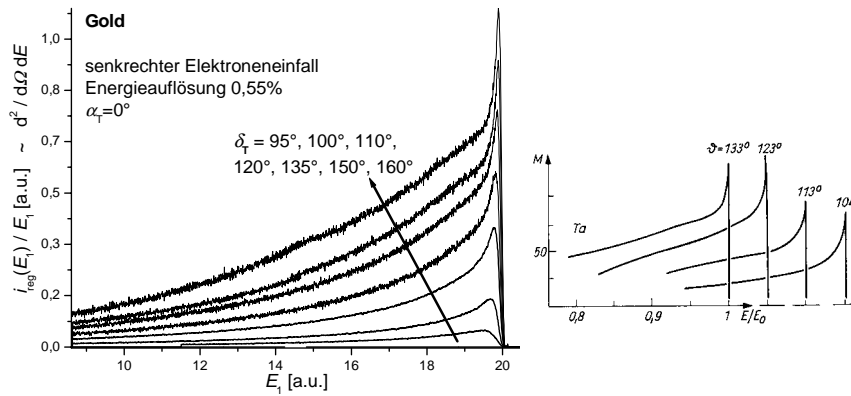
**Abb. 4.25:** Vergleich der Messung mit Monte-Carlo-Simulationen [Zaitsev 1999b]; nur die Berücksichtigung statistischer Energieverlustfluktuationen führt zu richtigen Simulationen

### Literaturvergleich

Rückstreuenspektren mit einer ähnlich hohen Auflösung sind nur von [Bauer 1979] bekannt, der jedoch keine quantitativen Spektren aufgenommen hat. Dort werden gegenüber Abb. 4.24 kleinere Detektionswinkel verwendet, so daß zum Vergleich die entsprechenden Messungen hier auch durchgeführt wurden. Abb. 4.26 zeigt Rückstreuenspektren bei verschiedenen Streuwinkeln, bei denen auf die oben beschriebene komplexe Korrektur verzichtet wurde. Lediglich die Division durch die Energie wurde auch hier ausgeführt, da diese Korrektur die Form der Spektren beeinflusst. Alle weiteren Korrekturen, die oben zu den quantitativen Spektren führten, sind hier vernachlässigt.

Die gemessenen Spektren aus Abb. 4.26 sind in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen von [Bauer 1979], wenn man bedenkt, daß dort eine 5fach bessere Energieauflösung verwendet wurde. Bei der besseren Energieauflösung ist der Peak nahe der Primärenergie entsprechend schmaler. In dieser Arbeit wird herausgefunden, daß die Höhe der Maxima der Rückstreuenspektren mit sinkendem Detektionswinkel  $\delta_T$  stetig abnimmt. Bei [Bauer 1979] hingegen haben die Spektren bei  $\delta_T \cong 120^\circ$  die größte Intensität. Da die Rückstreuenspektren im wesentlichen aus rückdiffundierten Elektronen bestehen, die eine Vielzahl von Streuprozessen erfahren haben, sind die Messungen dieser Arbeit einsichtiger.

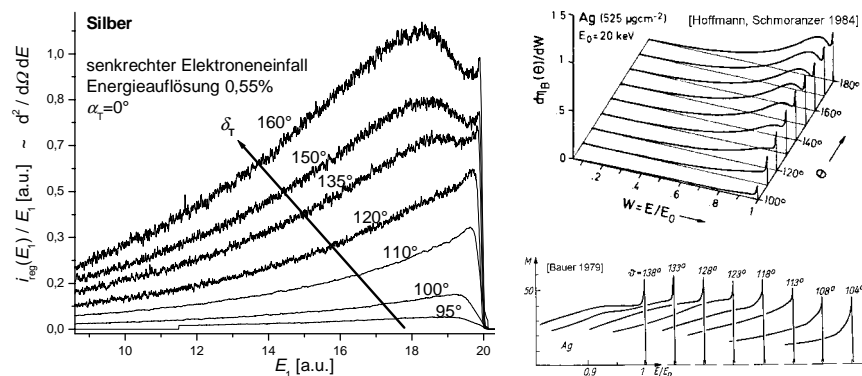
Aus der Lösung der Transportgleichung [Hoffmann 1984] ergeben sich zu Abb. 4.24 ähnliche Rückstreuenspektren. Die Berechnungen [Hoffmann 1984] erfolgten für verschiedene Materialien an dünnen Schichten, deren Dicke ungefähr der halben Reichweite entspricht ( $500$  bis  $700 \mu\text{gcm}^{-2}$ ), so daß die Gesamtrückstreuraten fast denen von massiven Schichten entsprechen. Dennoch können bei diesen Dicken ca. 20% (Au) bis 55% (Al) der Elektronen die Schicht passieren. Möglicherweise ist hierin auch der Grund zu sehen dafür, daß die berechneten Spektren im Bereich hoher Verluste von denen in Abb. 4.24 abweichen.



**Abb. 4.26 (links):** Rückstreuenspektren an massivem Gold unter senkrechtem Einfall für verschiedene Detektionswinkel ( $\delta_T = 0^\circ$  ist die Primärstrahlrichtung), der Pfeil zeigt die Richtung der Zunahme von  $\delta_T$  zwischen  $95^\circ$  und  $160^\circ$ ; **(rechts):** Messungen an Tantal mit einer Energieauflösung von 0,1% [Bauer 1979]

### Weitere Materialien

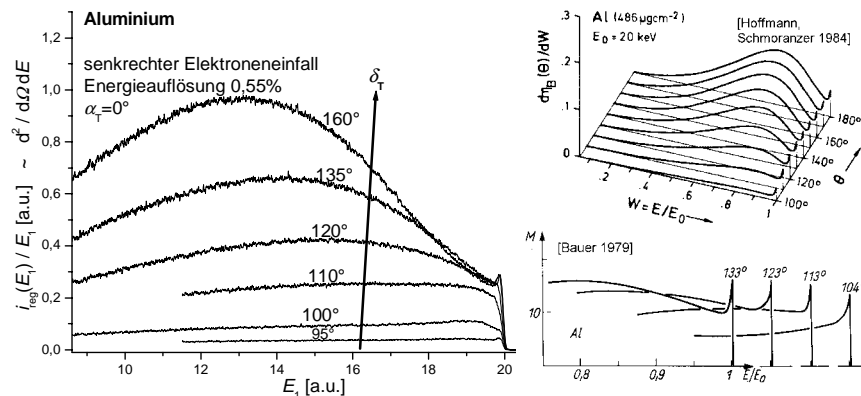
Für die Interpretation der auftretenden Streuprozesse ist es interessant, Energiespektren für andere Materialien zu betrachten. Abb. 4.27 zeigt die zu Abb. 4.26 analogen Messungen für Silber und Abb. 4.28 zeigt sie für Aluminium. Für den Vergleich der Abszissen dieser 3 Diagramme sei auf Abb. 4.24 verwiesen. Bei den gemessenen Winkelverteilungen wurde bereits beobachtet, daß bei leichten Materialien die unelastische freie Weglänge im Vergleich zur jeweiligen elastischen kleiner ist. An den hier vorgestellten Energieverteilungen ist entsprechendes zu beobachten: die Aluminiumspektren weisen gegenüber denen von Gold einen viel größeren Anteil von Elektronen mit hohem Energieverlust auf. Bei den Goldspektren



**Abb. 4.27 (links):** Rückstreuenspektren an massivem Silber unter senkrechtem Einfall; **(rechts):** Transportgleichung [Hoffmann 1984] und Messung aus [Bauer 1979]

(Abb.4.26) ändert sich die Spektrform kaum, wenn zu kleineren Detektionswinkeln  $\delta_T$  übergegangen wird. Bei Silber und Aluminium hingegen ändert sich die Spektrform: der Anteil der gestreuten Elektronen mit hohem Energieverlust nimmt gegenüber den kleinen Energieverlusten ab. Das ist unmittelbar einsichtig, da ein Elektron, das in kleinen Detektionswinkeln  $\delta_T$  aufgefangen wird, einen längeren Weg im Material zurückgelegt hat. Auf dem längeren Weg macht sich die im leichten Material kleinere unelastische Weglänge bemerkbar. Im Vergleich zu den Messungen von [Bauer 1979] zeigt sich bei den Spektren dieser Arbeit ein größerer Anteil von Elektronen mit hohem Energieverlust. Der wahrscheinlichste Energieverlust ist bei Silber und Aluminium deutlich größer. Zum Vergleich sind in den Abb. 4.27 und 4.28 auch die aus der Transportgleichung [Hoffmann 1984] gewonnenen Rückstreuspektren an dünnen Schichten (s. Kommentar oben) wiedergegeben.

Aus den bisher betrachteten Spektren lassen sich Aussagen über die unelastische Streuung treffen. Zur Betrachtung der elastischen Streuung dienen die folgenden Messungen bei streifendem Elektroneneinfall und an dünnen Schichten.



**Abb. 4.28 (links):** Rückstreuspektren an massivem Aluminium unter senkrechtem Einfall; **(rechts):** Transportgleichung [Hoffmann 1984] und Messung von [Bauer 1979]

#### 4.5.2 Rückstreuspektren an massiven Proben bei streifendem Einfall

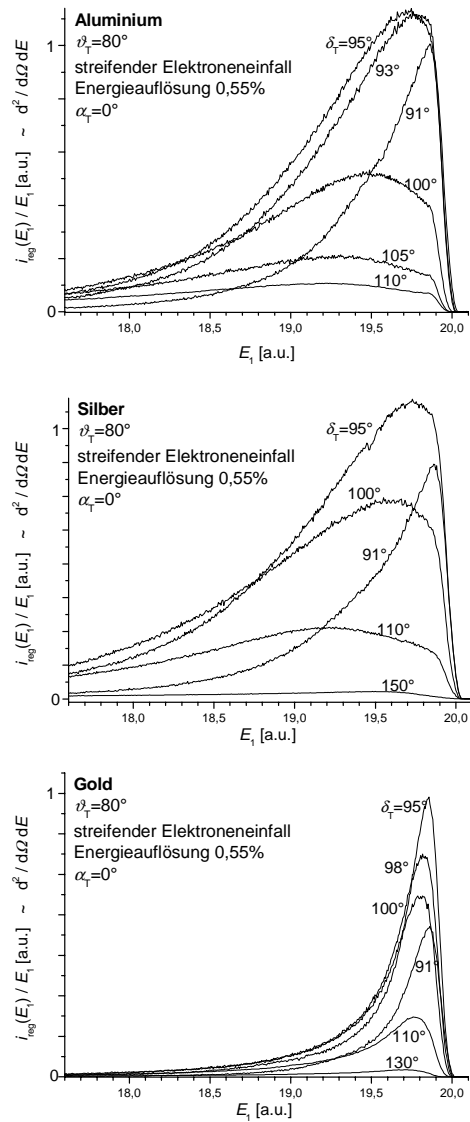
Aus den Messungen der Winkelverteilungen an massiven Proben (Kap. 4.1) ist bekannt, daß diese bei streifendem Einfall stark vorwärtsbetont in Richtung des Reflexionswinkels sind. Aus geometrischen Gründen ist einsichtig, daß bei streifendem Elektroneneinfall weniger Streuprozesse nötig sind, damit ein Elektron den Streuer wieder verlassen kann. Daher wird erwartet, daß die Rückstreuspektren bei streifendem Einfall „schmäler“ sind als bei senkrechtem Einfall. Dieses betrifft die Rückstreuung von allen Materialien gleichermaßen.

Ferner ist aus den Winkelmessungen (Kap. 4.1, [Berger 1996b]) bekannt, daß die Rückstreuverteilung bei streifendem Einfall von Gold insgesamt etwas kugelförmiger ist als die von Aluminium. Gerade in der Nähe der Targetnormalen zeigt sich bei Gold der höhere

Diffusionsanteil gegenüber Aluminium. Das wurde wiederum dadurch erklärt, daß das Verhältnis aus elastischem durch unelastischen mittleren freien Weg bei Gold ungefähr 5 und bei Aluminium ungefähr 1 beträgt. Damit sind in Gold mehr elastische Streuprozesse mit großen Winkelablenkungen und weniger Streuprozesse mit Energieverlust möglich, bevor das Elektron den Streuer wieder verläßt. Daher wird erwartet, daß die Energieverteilung der Rückstreuung bei streifendem Einfall an Gold „schmäler“ ist als an Aluminium.

Abb. 4.29 zeigt, daß die beiden eben angestellten Gedanken zutreffend sind: die Rückstreuenspektren bei streifendem Einfall sind gegenüber dem senkrechten Einfall schmaler, und sie sind bei Gold schmaler als bei Aluminium. Derartige Messungen wurden erstmals ausgeführt.

Mit den Messungen aus Abb. 4.29 konnte nun bestätigt werden, daß die Unterschiede der Rückstreuerverteilungen bei streifendem Elektroneneinfall an Gold gegenüber Aluminium durch den unterschiedlichen Diffusionsanteil elastisch gestreuter Elektronen verursacht werden. Diese Messungen werden für die Verifizierung der geplanten Erweiterung der Monte-Carlo-Simulation von S. Zaitsev auf die vollständige Winkel- und Energieverteilung der Streuung [Zaitsev 1999b] von Interesse sein. Auch für die Mikrotomographie (Kap. 4.4.1) ist bei der analytischen Bildinterpretation die exakte Kenntnis der vollständigen Winkel- und Energieverteilung notwendig.



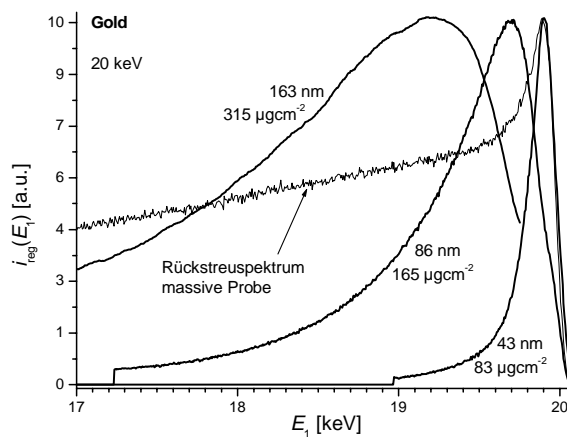
**Abb. 4.29:** Rückstreuenspektren an verschiedenen Materialien bei streifendem Elektroneneinfall ( $80^\circ$  zur Normalen) für verschiedene Detektionswinkel  $\delta_T$ ; die Ordinaten untereinander sind vergleichbar

### 4.5.3 Streuung an dünnen freitragenden Schichten bei senkrechtem Einfall

An den dünnen freitragenden Schichten können in Abhängigkeit von der Schichtdicke Energieverteilungen nicht nur rückgestreuter, sondern auch transmittierter Elektronen aufgenommen werden. Wegen der enormen Anzahl von Möglichkeiten werden die Messungen exemplarisch an Goldfilmen bei senkrechtem Elektroneneinfall gezeigt.

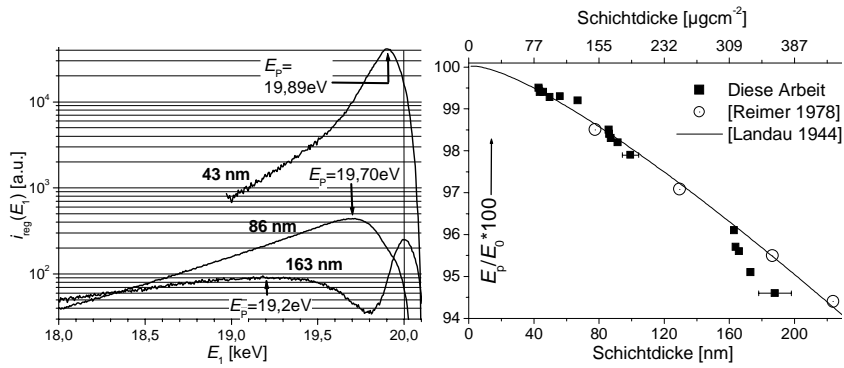
Abbildung 4.30 zeigt die Energieverteilungen der Transmission von Elektronen in der Richtung des Primärelektronenstrahls durch dünne freitragende Goldfilme unterschiedlicher Dicke. Die Kurven wurden jeweils auf dieselbe Höhe normiert und demonstrieren, daß der Energieverlust der Elektronen mit der Schichtdicke zunimmt. In Abb. 4.31 sind die betrachteten Spektren noch einmal logarithmisch ohne Normierung aufgetragen, um die Höhen der Spektren vergleichen zu können. Die Kurve für den 163 nm Goldfilm weist ferner ein lokales Maximum bei  $E_i=20$  keV auf, das aus Elektronen besteht, die die Schicht ohne Energieverlust durch Defektstellen passieren. Dieses Maximum zeigt eindrücklich, daß die Skalierung der Abszisse richtig vorgenommen wurde (vgl. Kommentar in Kap. 4.5.1 bzgl. der Skalierung der Energieachse von Abb. 4.24).

Das Maximum der Transmissionsspektren (Abb. 4.30) wird wahrscheinlichster Energieverlust  $E_p$  genannt und ist eine charakteristische Größe von Schichtdicke und Material. In Abb. 4.32 ist das Verhältnis aus wahrscheinlichster Energie zur Primärelektronenenergie aufgetragen und mit Messungen von [Reimer 1998] verglichen. Eine genaue theoretische Beschreibung ist anhand der Landau-Theorie (Kap. 2.2.5) möglich. Der wahrscheinlichste Energieverlust ist das Maximum der Landaufunktion (s. Abb. 2.10) und ergibt sich aus der Ableitung von Gl. (2.20). Der so erhaltene wahrscheinlichste Energieverlust ist in Abb. 4.32 als Funktion der Schichtdicke für die feste Primärenergie  $E_0=20$  keV aufgetragen.



**Abb. 4.30:** Auf denselben Maximalwert normierte Energieverteilung transmittierter Elektronen durch dünne freitragende Goldfilme und Rückstreuungsspektrum von Gold zum Vergleich



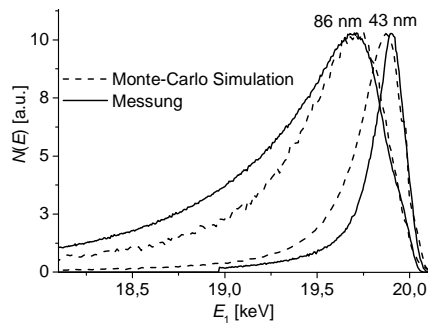


**Abb. 4.31:** Wie Abb. 4.30, jedoch in logarithmischer Darstellung und ohne Normierung  
**Abb. 4.32 (rechts):** Verhältnis aus wahrscheinlichstem Energieverlust zur Primärelektronen-Energie transmittierter Elektronen im Vergleich zu [Reimer 1998] und zur Landau-Theorie

Die gemessenen Energieverteilungen sollen mit denen der verbesserten Monte-Carlo-Simulation verglichen werden (Abb. 4.33). Die Simulation sagt gegenüber der Messung bei 43 nm breitere und bei 86 nm schmalere Spektren voraus. Die Abweichungen könnten durch die Ungenauigkeit der Schichtdicke bedingt sein.

Bisher wurden nur Energieverteilungen der Transmission in direkter Vorwärtsrichtung des Primärelektronenstrahls betrachtet. Wird der Detektionswinkel bezüglich der Targetnormalen vergrößert, so verändern sich auch die Spektren, und zwar die relative Höhe, die Form und die Lage des Maximums. In der Regel nimmt der wahrscheinlichste Energieverlust zu, sobald der Detektionswinkel vergrößert wird, da dann auch der im Streumedium zurückgelegte Weg zunimmt. Anders verhält sich da nur die Streuung an der 43 nm dicken Goldschicht, bei der sich mit zunehmendem Detektionswinkel nur die relative Höhe der Transmissionsspektren ändert. Offensichtlich finden in dieser Schicht nur wenig energieverzehrende Streuprozesse statt und die Ablenkung in größere Detektionswinkel erfolgt durch wenige Streuungen.

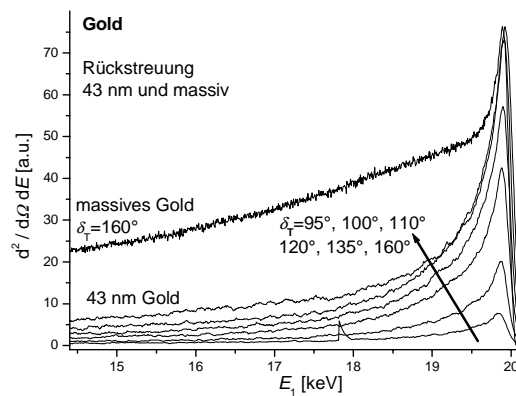
Neben der Transmission können an dünnen Schichten auch rückgestreute Elektronen beobachtet werden. Abb. 4.34 zeigt Energieverteilungen der Rückstreuung an dem 43 nm dicken Goldfilm für verschiedene Detektionswinkel  $\delta_T$ . Der Winkel  $\delta_T = 180^\circ$  entspricht genau der Rückstreurichtung, für die die relative Höhe der Spektren maximal ist. In dieser Richtung ist der Anteil elastisch gestreuter Elektronen besonders hoch, während sich für Detektionswinkel nahe der Targetoberfläche ein im Verhältnis größerer Anteil von Elektronen mit hohem



**Abb. 4.33:** Vergleich gemessener Transmissionsspektren mit Monte-Carlo-Simulationen von S. Zaitsev

Energieverlust ergibt. Zum Vergleich ist in Abb. 4.34 ein Spektrum der Rückstreuung an massivem Gold wiedergegeben, das nachweist, daß die mit geringem Energieverlust an massivem Gold rückgestreuten Elektronen im wesentlichen aus der oberen Decklage der massiven Probe stammen. Die Dicke dieser Decklage könnte jedoch auch noch dünner sein als die hier betrachteten 43 nm. Der wahrscheinlichste Energieverlust in Abb. 4.34 entspricht den Werten, die bei den Energieverteilungen der transmittierten Elektronen gemessen wurden. An einer derart dünnen Streuschicht sind die Energieverluste rückgestreuter und transmittierter Elektronen vergleichbar. Gegenüber den Energieverteilungen transmittierter Elektronen weisen die Rückstreuenspektren einen höheren Anteil von Elektronen mit hohem Energieverlust auf, da für die Richtungsumkehr der Elektronen mehr Streuprozesse und damit ein längerer Weg im Streumedium nötig ist. Der Peak der Elektronen mit geringem Energieverlust ist in Transmission und Rückstreuung nahezu gleich breit.

Die Monte-Carlo-Simulationen von S. Zaitsev ergeben zu schmale Energieverteilungen der Rückstreuung, auch wenn der wahrscheinlichste Energieverlust richtig wiedergegeben wird. Dies ist möglicherweise durch die Verwendung der ursprünglichen Landau-Theorie [Landau 1944] bedingt, für die es eine Erweiterung durch [Blunck 1950] gibt. In der erweiterten Landau-Theorie ergibt sich eine breitere Verteilungsfunktion der Energieverlustfluktuationen, da in der Diffusionsgleichung (2.18) höhere Momente berücksichtigt werden.



**Abb. 4.34:** Rückstreuenspektren an einem freitragenden 43 nm Goldfilm bei verschiedenen Detektionswinkeln und Rückstreuenspektrum von massivem Gold

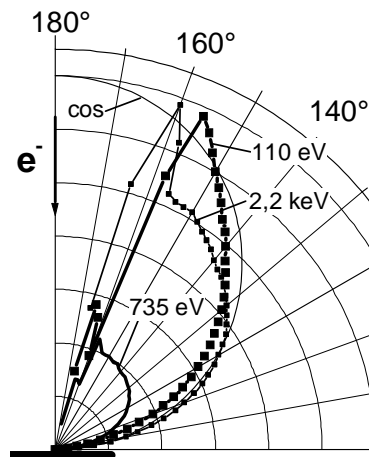
Die bisher durchgeführten Betrachtungen schlossen den Detektionswinkel nur indirekt mit ein. Die aufgenommenen Spektren lassen jedoch vermuten, daß sich die Winkelverteilung der Streuung in den Bereich des wahrscheinlichsten Energieverlustes (nahe der Primärenergie) und in den Bereich höherer Energieverluste zerlegen läßt. Das läßt sich mit dem verwendeten Spektrometer einfach überprüfen, indem über die Ablenkhochspannung ein gewisses Energiefenster fest eingestellt wird, und dann das Spektrometer um die Probe geschwenkt wird.

Solche Winkelverteilungen an dem 43 nm dicken Goldfilm sind in den Abb. 4.35 und 4.36 zu sehen. Wird bei der Rückstreuverteilung ein Energiefenster von 110 eV (entspricht der wahrscheinlichsten Energie) gewählt, ergibt sich eine Verteilung, die spitzer ist als die von der Rückstreuung an massiven Materialien bekannte Kosinusverteilung. Also werden Elektronen mit einem kleinen Energieverlust vornehmlich in die entgegengesetzte Strahlrichtung gestreut. Die Winkelverteilung der Elektronen mit großem Energieverlust (Abb. 4.35) ist hingegen flacher als eine Kosinusverteilung. Elektronen mit hohem Energieverlust haben im Streumedium einen längeren Weg zurückgelegt und haben eine eher homogene Winkelverteilung beim Verlassen des Streuers.

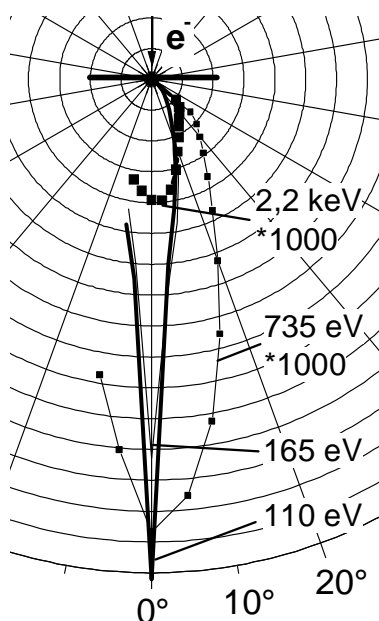
Die Winkelverteilung transmittierter Elektronen ist stark vorwärtsgerichtet (Abb. 4.36). Dies gilt sowohl für Elektronen mit dem wahrscheinlichsten Energieverlust als auch für größere Energieverluste. Selbst bei dem hohen Verlust von 2,2 keV ergibt sich noch eine vorwärtsbetonte Winkelverteilung.

Diese Winkelverteilungsmessungen mit einem Energiefenster sind wiederum hervorragend zur Verifizierung von Monte-Carlo-Simulationen geeignet, in denen die gestreuten Elektronen in dreidimensionalen Tabellen (zwei Winkel und Energie) gespeichert werden. Der Einfluß unterschiedlicher Modelle auf die Simulationen läßt sich am besten beurteilen, wenn einzelne Zeilen dieser Tabelle mit Messungen verglichen werden.

Diese Winkelverteilungsmessungen mit einem Energiefenster sind eng mit der Anwendung der Mikrotomographie (Kap. 4.4.1) verbunden, bei der Mehrschichtsysteme „durch“ ein Energiefenster abgebildet werden.



**Abb. 4.35:** Winkelverteilung der Rückstreuung an dem 43 nm Goldfilm für verschiedene Energiefenster des Spektrometers



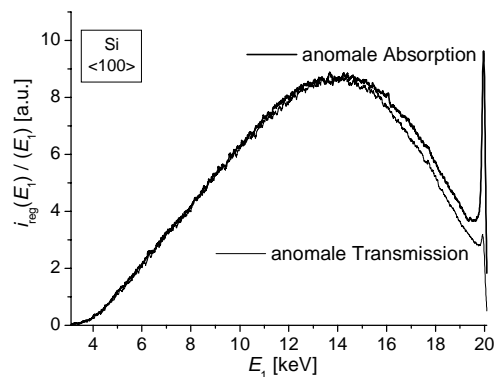
**Abb. 4.36:** Winkelverteilung der Transmission an dem 43 nm Goldfilm für verschiedene Energiefenster des Spektrometers

#### 4.6 Exkurs: Energieverteilung der Streuung an einkristallinen Proben

Bisher wurden in dieser Arbeit stets amorphe Streumaterialien betrachtet. Bei der Verwendung von Proben mit Kristallstruktur treten neben der Streuung auch Beugungseffekte an den Ebenen des Kristallgitters auf. In diesem Kapitel soll der Einfluß des Channelings [Niedrig 1982, Reimer 1998] auf die Energieverteilung rückgestreuter Elektronen betrachtet werden. Der Einfluß auf die Winkelverteilung der Rückstreuung ist anhand der Kossel- bzw. Kikuchibänder hinreichend bekannt. Es werden stets ein helles und ein dunkles Kikuchiband beobachtet, deren Entstehung in der anomalen Transmission bzw. anomalen Absorption vermutet wurde. Diese Vermutung, die durch die dynamische Theorie der Elektronenbeugung [z. B. Boersch 1964, Jeschke 1970] gestützt wird, soll nun durch die Messung der Energieverteilung bestätigt werden. Dazu eignet sich die aufgebaute Streuapparatur hervorragend: die hohe Winkelaufösung wird benötigt, um den Detektor in der Nähe des Braggwinkels verkippfen zu können und die hohe Energieauflösung des sphärischen Spektrometers erlaubt die getrennte Detektion von elastisch gestreuten Elektronen, die allein der anomalen Transmission bzw. anomalen Absorption (beobachtbar) unterliegen. Gleichartige Messungen der Energieverteilung der Rückstreuung an kristallinen Proben sind von [Grachev 1980] bekannt, dessen Ergebnisse bestätigt werden.

Abb. 4.37 zeigt die erhaltenen Rückstreuenspektren an einer einkristallinen Siliziumprobe. Ein Si-Wafer mit  $\langle 100 \rangle$ -Orientierung wurde derart geneigt und gedreht, daß der Primärstrahl entlang der  $\langle 111 \rangle$ -Richtung des Kristalls einfällt. Unter einem Detektionswinkel von  $135^\circ$  zu dieser Richtung konnte das Spektrum der anomalen Absorption aufgenommen werden. Abb. 4.38 zeigt in einer Ausschnittsvergrößerung, daß das Rückstreuenspektrum der anomalen Absorption ein Maximum ungefähr 40 eV unterhalb der Primärelektronenenergie hat. Hierbei handelt es sich jedoch um energieverlustfrei gestreute Elek-

tronen. Diese erscheinen im gemessenen Spektrum bei der Energie  $E_i = 19,96$  keV, da die Messung mit einer Gaußfunktion der Halbwertsbreite 110 eV gefaltet ist. Diese Gaußfunktion beschreibt die Transmissionscharakteristik des sphärischen Spektrometers. Die tatsächliche Energieverteilung hat bei  $E_i = 20,00$  keV einen endlichen Wert (und zwar die bei anomaler Absorption in großer Zahl elastisch rückgestreuten Elektronen) und verschwindet für größere



**Abb. 4.37:** Rückstreuenspektren einer einkristallinen Si-Probe unter Einstrahlung in  $\langle 111 \rangle$ -Richtung; polarer Detektionswinkel unter  $135^\circ$  zu  $\langle 111 \rangle$ ; verschiedene azimutale Detektionswinkel entsprechend der anomalen Transmission bzw. Absorption

Werte von  $E_1$ . Bei der Faltung dieser Energieverteilung mit der Transmissionscharakteristik des Spektrometers entsteht gerade der Effekt, daß energieverlustfrei gestreute Elektronen der Energie  $E_0=20,00$  keV im Spektrum bei  $E_1=19,96$  keV erscheinen.

Die anomale Transmission von Elektronen kann beobachtet werden, wenn bei gleichbleibender Detektorposition die Probe leicht gedreht wird, so daß die Einstrahlung nicht mehr in der  $\langle 111 \rangle$ -Richtung erfolgt (Abb. 4.37 und 4.38). Aus Abb. 4.38 läßt sich ersehen, daß nun keine Elektronen der Energie  $E_0=20,00$  keV detektiert werden, sondern es ergibt sich im Rückstreupektrum ein lokales Maximum bei  $E_1=19,93$  keV. Dieses lokale Maximum bei dieser Energie war bereits bei den Messungen der Rückstreuverteilungen an amorphen Proben festgestellt worden (Abb. 4.24). Bei amorphen Proben ist ein kleiner Energieverlust von einigen 10 eV wahrscheinlicher als die rein elastische Streuung.

Mit den Messungen aus Abb. 4.37 und 4.38 kann also einerseits die anomale Absorption an Kristallen direkt beobachtet werden. Es wird festgestellt, daß die anomale Absorption zu starker energieverlustfreier Rückstreuung von Elektronen führt, während für die übrigen rückgestreuten Elektronen ein kleiner Energieverlust wahrscheinlicher ist als die energieverlustfreie Rückstreuung. Damit weisen diese Messungen andererseits nach, daß die Skalierungen der Energieachsen im Kap. 4.5 richtig ausgeführt sind.

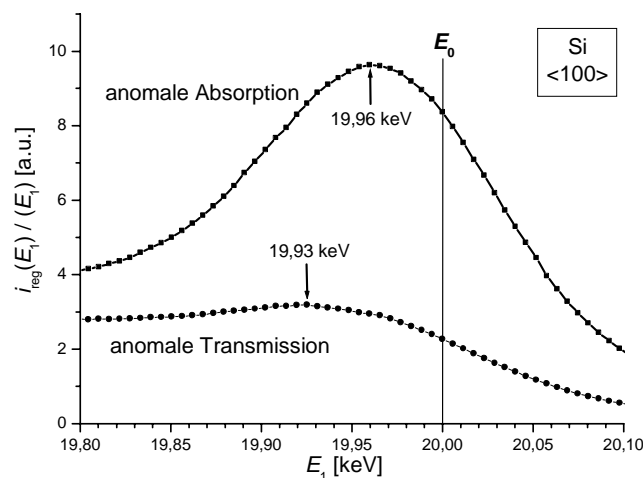


Abb. 4.38: Ausschnittsvergrößerung aus Abb. 4.37

## Kapitel 5

### Ergebniszusammenfassung und Ausblick

#### 5.1 Einordnung und Anwendungen der Meßergebnisse

In dieser Arbeit wurden hochaufgelöste Messungen der Energie- und Winkelverteilungen der Elektronenstreuung bei einer Primärelektronenenergie von 20 keV gezeigt. Diese Messungen sind für Anwendungen in der Elektronenmikroskopie von Interesse. Zum einen dienen sie der Bildinterpretation der Abbildung kleinster Strukturen (Kanteneffekte) im Rasterelektronenmikroskop (REM) und der Oberflächenabbildung mittels elastisch gestreuter Elektronen. Zu diesem Zweck wurden Winkelverteilungen der Elektronenstreuung bei unterschiedlichen Einfallswinkeln aufgenommen. Andererseits werden diese Messungen für die Entwicklung neuer Detektoren und Detektorsysteme für Elektronenmikroskope benötigt. Als Beispiel wird die tiefenselektive Abbildung an Mehrschichtsystemen demonstriert, für die ein neuartiges toroidales Elektronenspektrometer in ein kommerzielles REM integriert wurde. Die erforderliche Charakterisierung des Spektrometers wird ausgeführt, und es werden die für die Bildinterpretation notwendigen Messungen und deren Grundlagen veranschaulicht.

Neben abbildenden Verfahren der Elektronenmikroskopie sind die hier gezeigten Messungen für elektronenspektroskopische Methoden von Interesse, z. B. der chemischen Analyse oder der Auswertung der Daten der Auger-Elektronen-Spektroskopie. Hierzu dienen die Messungen der Winkelverteilung der Rückstreuung an mehratomigen Proben, die hochaufgelösten Spektren und die getrennte Messung der Winkelverteilung von elastisch und unelastisch gestreuten Elektronen.

Nicht zuletzt dienen neue Untersuchungen dieser Arbeit dem grundlegenden Verständnis der Streumechanismen. Dazu werden, neben den hochaufgelösten Spekten, die Winkelverteilungen von Elektronen, die durch eine dünne freitragende Schicht transmittiert sind, erstmals bei schiefwinkligem Einfall betrachtet und durch eine physikalische Fitfunktion beschrieben. Außerdem werden die Messungen von hochaufgelösten Elektronenspektren auf die bislang kaum betrachtete Streuung und Beugung an einkristallinen Proben ausgedehnt. An der Rückstreuung von Kristallen läßt sich die von der dynamischen Beugungstheorie vorhergesagte anomale Absorption und Transmission beobachten, insbesondere die mit der anomalen Absorption verbundene energieverlustfreie, starke Rückstreuung.

Die aus den hochaufgelösten Spekten und Winkelverteilungen gewonnenen Erkenntnisse können direkt für die Verbesserung von Simulationen der Elektronenstreuung verwendet werden. Anhand von Monte-Carlo-Simulationen aus der Literatur und einem Programm von S. Zaitsev wird gezeigt, welchen Einfluß die verwendeten Streumodelle auf die

Vorhersagen der Monte-Carlo-Simulationen haben. Erst bei Integration von statistisch verteilten Fluktuationen der Energieverluste können die gemessenen Elektronenspektren der Rückstreuung und Transmission für alle Materialien zutreffend simuliert werden.

## 5.2 Ergebnisse

Nach der im vorangegangenen Abschnitt angeführten Übersicht der Ergebnisse dieser Arbeit, werden diese im folgenden weitestgehend in der Reihenfolge der Kapitel 2 bis 4 noch einmal explizit aufgeführt, um eine komplette Aufstellung zu erhalten.

### **Elektron-Materie Wechselwirkung und ihre Simulation**

Monte-Carlo-Simulationen der Elektronenstreuung berücksichtigen elastische und unelastische Streumodelle (Tab. 2.1). Die Literaturrecherche der bekannten Simulationen ergibt, daß Gesamtrückstreu- und Transmissionsraten mit einfachen Modellen, und zwar dem Rutherford-Streuquerschnitt (Gl. 2.2) der elastischen Streuung und weglängenabhängigen Energieverlusten nach der Betheformel (Gl. 2.12) beschrieben werden können. Für die Simulationen der Winkelverteilung der Streuung (differentielle Streurate) muß die elastische Streuung mit dem Mott-Streuquerschnitt (Gl. 2.6) modelliert werden, um den Elektronenspin einzubeziehen. Sollen zusätzlich kleine Primärelektronenenergien unter 5 keV betrachtet werden, ist die Betheformel entweder empirisch auf kleine Energien zu erweitern (Gl. 2.14 oder 2.15) oder es werden diskrete Querschnitte der unelastischen Streuprozesse (Gl. 2.16) verwendet. Werden alle in Frage kommenden unelastischen Streuprozesse berücksichtigt, dann lassen sich auch Energieverteilungen der Elektronenstreuung simulieren. Dieses Vorgehen ist bisher nur für Spektren an Aluminium gelungen, jedoch lassen sich zutreffende Energieverteilungen auch dann erzeugen, wenn anstelle der diskreten Streuquerschnitte kontinuierliche Energieverluste mit statistisch verteilten Fluktuationen betrachtet werden.

### **Charakterisierung elektrostatischer Spektrometer**

Elektrostatische Spektrometer stellen ein leicht zu handhabendes Gerät für die energiewahlweise Detektion von Elektronen dar. Dabei muß beachtet werden, daß die Spektrometer eine einfallende Energieverteilung von Elektronen verfälschen, da nicht nur Elektronen einer bestimmten Energie das Spektrometer passieren können. Vor allem Elektronen, die im Spektrometer an den Elektroden reflektiert werden, stören die gemessenen Spektren sehr. Es ergibt sich eine komplizierte Transmissionscharakteristik, die stark von Art und Konfiguration des Spektrometers abhängt. Einerseits besitzen sphärische Spektrometer gegenüber toroidalen den Vorteil der doppelten Fokussierung. Andererseits können Ein- und Austrittsblenden die Transmissionscharakteristik stark vereinfachen und die Energieauflösung der Spektrometer deutlich steigern. Austrittsblenden sind eindeutig wichtiger, da sie im wesentlichen die im Spektrometer reflektierten Elektronen unterdrücken. Diese Reflexion kann auch durch aufgeraute Elektroden reduziert werden, ohne daß das elektrische Feld im Spektrometer gestört wird.

Hochaufgelöste Spektren wurden in dieser Arbeit mit einem  $45^\circ \times 160^\circ$ -sphärischen Spektrometer mit einem mittleren Radius von 36,5 mm erreicht, in dem der Strahl durch Doppelblenden mit 700  $\mu\text{m}$  Durchmesser geleitet wird. Die resultierende Energieauflösung beträgt 0,55% und die Transmissionscharakteristik kann durch eine Gaußfunktion dargestellt werden, deren Breite linear von der Energie abhängt. Der Anteil reflektierter Elektronen ist bei diesen Blenden auf ein Tausendstel der direkt durchfliegenden Elektronen reduziert. Mit kleineren Blenden läßt sich die Energieauflösung mindestens um den Faktor 5 verbessern. Dann muß allerdings darauf geachtet werden, daß die positiven und negativen Ablenkhochspannungen des Spektrometers entgegen den Angaben in der Literatur nicht symmetrisch gewählt werden. Vielmehr müssen die Beträge der Ablenkhochspannungen nach Gl. 3.3 derart asymmetrisch gewählt werden, daß die Nullpotentialebene zwischen den Elektroden mit den Blenden zusammenfällt.

### Messungen der Winkelverteilungen

Die Winkelverteilung der Rückstreuung an massiven Materialien kann für alle Elektroneneinfallswinkel durch Ellipsen gefittet werden. Dieses Ergebnis aus [Wittich 1995] konnte bestätigt werden. Lediglich in der Nähe der Targetoberfläche, also bei kleinen Detektionswinkeln gegenüber der Targetoberfläche, ist eine Abflachung zu beobachten, die auch mit Monte-Carlo-Simulationen erhalten wird. Das betreffende Programm von S. Zaitsev besitzt gegenüber den bekannten analytischen Modellen ferner den Vorteil, daß es zutreffende Winkelverteilungen selbst für den schiefwinkligen und streifenden Elektroneneinfall simuliert.

Anhand der Messung von Rückstreuverteilungen an mehratomigen Proben bei verschiedenen Elektroneneinfallswinkeln ergibt sich, daß die Winkelverteilung von Legierungen durch Winkelverteilungen von einatomigen Proben dargestellt werden können. Deren mittlere Ordnungszahl ergibt sich aus den Quadraten der Ordnungszahlen  $Z_i$  der Legierungsanteile gewichtet mit den Atomkonzentrationen  $a_i$  (Gl. 4.2):

$$\bar{Z}^2 = \sum a_i Z_i^2. \quad (4.2)$$

Überraschenderweise reicht es dabei, die elastische Streuung anhand des Rutherford-Streuquerschnitts zu betrachten. Die Gesamtrückstreurate einer Legierung kann aus den mit den Massenkonzentrationen gewichteten Gesamtrückstreuraten der Legierungsanteile bestimmt werden.

Die Form der Winkelverteilung von Elektronen, die durch eine dünne Schicht transmittiert werden, ist von der Schichtdicke und der damit verbundenen Anzahl von Streuprozessen abhängig. Der Vergleich von Messungen an Gold und Aluminium zeigt dabei, daß es nicht ausreicht, nur elastische Streuprozesse zu berücksichtigen. Die Winkelablenkung durch unelastische Streuprozesse kann nicht vernachlässigt werden, selbst wenn die elastische Streuung für große Winkelablenkungen (pro Streuprozess) verantwortlich ist. Je größer die Schichtdicke ist, desto breiter sind die Transmissionsverteilungen. Ab einer gewissen Schichtdicke ist die breiteste Verteilung (proportional zum Quadrat des Kosinus) erreicht (genannt Diffusion), und für dickere Schichten nimmt lediglich die Intensität ab.



Bislang veröffentlichte Winkelverteilungen der Transmission behandeln nur den senkrechten Elektroneneinfall und nur die Detektion des Maximums der Transmissionsverteilung, d. h. Scans im polaren Detektionswinkel (Polarscans) zu demjenigen azimutalen Detektionswinkel, für den die Transmissionsverteilung maximal ist. In dieser Arbeit wurden auch Polarscans zu größeren azimutalen Detektionswinkeln aufgenommen (also „dichter“ an der Targetoberfläche). Für jede Schichtdicke gibt es einen azimutalen Winkel, für den die Polarscans so breit sind, daß sie durch die Diffusionsverteilung dargestellt werden können.

Bei senkrechtem Einfall fällt der wahrscheinlichste Streuwinkel mit der Elektronenstrahlrichtung zusammen. Der schiefwinklige Elektroneneinfall führt zu asymmetrischen Winkelverteilungen der Streuung an dünnen Schichten, jedoch stimmt der wahrscheinlichste Streuwinkel nicht mit der Elektronenstrahlrichtung überein! Es wird eine neue Fitfunktion eingeführt, die zur Erklärung dieses Effekts beiträgt: Die Transmissionswinkelverteilung setzt sich aus einem Vielfachstreuanteil, beschrieben durch eine Gaußfunktion, und einem Diffusionsanteil, beschrieben durch eine Kosinusfunktion, zusammen. Die Vielfachstreuung ist symmetrisch zur Elektronenstrahlrichtung und die Diffusion ist symmetrisch zur Targetnormalen. Die Skalierung beider Streuanteile ergibt sich aus den Messungen bei senkrechtem Elektroneneinfall. Die Qualität der Fitfunktion liegt darin, daß sich alleine mit dieser Skalierung der richtige wahrscheinlichste Streuwinkel bei schiefwinkligem Einfall ergibt. Es ergibt sich folgende Fitfunktion für Polarscans der Streuverteilung transmittierter Elektronen (in  $\delta_T$ ):

$$N(\delta_T) = A \cdot \left[ \underbrace{B \cos(\delta_T) \exp\left(-\frac{\delta_T - \vartheta_T}{\delta_0}\right)^2}_{\substack{\text{Vielfachstreuung} \\ \text{Transmissionsseite um} \\ \vartheta_T \text{ verschoben}}} + \underbrace{|\cos(\delta_T)|}_{\text{Diffusion}} \right] \quad (5.1)$$

- $\delta_0$ : „Breite“ der Gaußfunktionen, die die Winkelverteilung bei senkrechtem Einfall fitten,  
 B: Verhältnis zwischen Diffusion und Vielfachstreuanteil aus den Messungen, bei senkrechtem Einfall,  
 A Anpassung der Funktion an Meßwerte.

Es werden Möglichkeiten der gleichzeitigen Berücksichtigung der Winkelverteilung der Rückstreuung betrachtet. Für physikalisch motivierte Fitfunktionen ergeben sich jedoch zu kleine Streuraten.

Mit Hilfe des sphärischen Spektrometers können Winkelverteilungen von Elektronen mit einem bestimmten Energieverlust aufgenommen werden. Dabei zeigt sich (erwartungsgemäß) generell, daß die Winkelverteilung desto breiter ist, je höher der Energieverlust ist.

### Messungen der Energieverteilungen

Mit den toroidalen Rau-Spektrometern im Rasterelektronenmikroskop können Elektronen energieselektiv detektiert werden, ohne die rasternde und abbildende Funktion des Mikroskops zu stören. Die zur Detektion ausgewählte Energie ist eine charakteristische Größe der Austrittstiefe, wie anhand von Spektren einer Mehrschichtprobe, die aus mehreren 30 nm

dicken in Aluminium eingebetteten Goldschichten besteht, zeigen. Daher ist es möglich, die einzelnen Schichten einer Mehrschichtprobe (z. B. mehrlagige Halbleiterbauteile!) getrennt abzubilden und bezüglich Größe, Dicke und Schadstellen zu analysieren.

Die Aufnahme von quantitativen Spektren mit den toroidalen Spektrometern erweist sich als kompliziert, da die komplexe Transmissionscharakteristik dieser Spektrometer das gemessene Spektrum stark verfälscht. Zur Rekonstruktion der Spektren fehlen wichtige Parameter.

Auch ohne Kenntnis quantitativer Spektren lassen sich die toroidalen Spektrometer für Schichtdickenmeßverfahren einsetzen. Eine einfache Methode, die ohne Kalibrierungskurven auskommt, besteht in der Variation der Primärelektronenenergie und wird demonstriert. Bei einer bestimmten Energie ist das Spektrum der dünnen Schicht mit demjenigen einer massiven Probe desselben Materials identisch. Aus den bekannten Energie-Reichweite-Beziehungen läßt sich dann die Schichtdicke ermitteln.

Die Aufnahme quantitativer Spektren gelingt mit dem hochauflösenden sphärischen Spektrometer. Unter Berücksichtigung der zuvor gemessenen Transmissionscharakteristik ergeben sich gute Übereinstimmungen rückgestreuter und transmittierter Spektren zwischen den Messungen und den Monte-Carlo-Simulationen mit Energieverlustfluktuationen von S. Zaitsev. Es wird beobachtet, daß die Rückstreuenspektren massiver Proben bei senkrechtem Einfall unabhängig von der Kernladungszahl ein lokales Maximum nahe der Primärelektronenenergie aufweisen. Für Goldproben ist das Rückstreuenspektrum für steigende Energieverluste eine monoton fallende Funktion. Bei leichteren Materialien, einschließlich Silber, zeigt das Rückstreuenspektrum ein weiteres lokales Maximum bei einem materialspezifischen Verlust von einigen Zehnteln der Primärenergie. Die Größe dieses Energieverlustes stimmt für Gold und Silber mit der Angabe der einzigen bekannten und vergleichbaren Veröfentlichung überein. Für Aluminium ergibt sich in dieser Arbeit jedoch ein deutlich größerer Verlust.

Erstmals wurden auch Rückstreuenspektren bei senkrechtem Einfall auch für sehr große und sehr kleine Detektionswinkel aufgenommen. In Richtung der Targetnormalen dominieren Elektronen mit hohem Verlust die Rückstreuenspektren. In der Nähe der Targetoberfläche werden insgesamt weniger Elektronen detektiert, die Rückstreuenspektren sind viel flacher, und es zeigen sich kaum Unterschiede zwischen verschiedenen Materialien.

Ebenfalls erstmalig wurden hochaufgelöste Spektren der Rückstreuung bei streifendem Einfall aufgenommen. Wie schon bei den vorangehenden Messungen zeigte sich, daß die Spektren von Aluminium und Silber ähnlich sind und von denen von Gold abweichen. Bei streifendem Einfall haben die Rückstreuelektronen von Gold kaum einen größeren Energieverlust als ein Zehntel der Primärenergie und werden größtenteils elastisch gestreut. Bei Silber und Aluminium hingegen sind die Rückstreuenspektren energetisch breiter, was mit Hilfe der Winkelverteilungen der Rückstreuung beim streifenden Einfall erklärt werden kann.

Hochaufgelöste Spektren von Elektronen, die durch eine dünne Schicht transmittiert sind, besitzen ein Maximum bei der wahrscheinlichsten Energie, die von der Schichtdicke abhängt. Die hier gemessenen Werte der wahrscheinlichsten Energie stimmen gut mit Literaturangaben überein, und die Form der Spektren wird von der Monte-Carlo-Simulation mit Energieverlustfluktuationen von S. Zaitsev gleichermaßen simuliert. Die Rückstreuung an

dünnen Schichten ist gegenüber der von massiven Proben insgesamt mit geringeren Energieverlusten verbunden, wie die Aufnahme von Rückstreupektren dünner Proben mit Detektionswinkeln nahe der Targetoberfläche zeigt.

Hochaufgelöste Spektren der Rückstreuung an einkristallinen Proben zeigen Beugungseffekte, die prinzipiell bereits aus Channelingdiagrammen bekannt sind. Jedoch kann aus Channelingdiagrammen keinerlei Aussage über die Energien der Elektronen in den hellen und dunklen Kikuchilinien gemacht werden. In den hochaufgelösten Spektren sind anomale Transmission und Absorption energieselektiv beobachtbar. Bei der anomalen Absorption zeigt sich, daß der wahrscheinlichste Energieverlust der Rückstreupektren gleich Null ist, d. h. diese Elektronen werden energieverlustfrei rückgestreut. Im Fall der anomalen Transmission zeigen sich die bereits von amorphen Proben bekannten Rückstreupektren: Hier beträgt der wahrscheinlichste Energieverlust einige 10 eV und es gibt kaum rein elastisch gestreuten Elektronen.

### 5.3 Ausblick

Mit dieser Arbeit wird eine Vielzahl von Messungen der Elektronenstreuung dokumentiert, die zusammen mit den vielen bereits veröffentlichten Messungen, für ausreichend Datenmaterial zur Verifizierung von Modellen und Simulationen sorgt. In einigen Fällen werden weitere Messungen erforderlich sein, für die die in dieser Arbeit gezeigten und untersuchten Meßverfahren und -geräte verwendet werden können. Es konnte gezeigt werden, daß mit einem relativ einfachen Spektrometer Energieverteilungen mit einer hohen und für diese Zwecke ausreichend hohen Auflösung erhalten werden können. Dennoch sollte das Spektrometer in Zukunft direkt mit einer magnetischen Abschirmung versehen werden. In dieser Arbeit wurde lediglich eine magnetische Abschirmung der gesamten Wechselwirkungskammer verwendet, die bei der Aufnahme von Winkelverteilungen einige Spektrometerpositionen unrealisierbar werden ließ.

Die in dieser Arbeit gefundene Funktion zur Beschreibung der Winkelverteilung von durch dünne Schichten transmittierten Elektronen betrachtet nur das Maximum der Streuverteilung bei  $\alpha_T=0^\circ$ . Sie betrachtet nur Vielfachstreuung und Diffusion. Eine Erweiterung dieser Funktion auf höhere azimutale Detektionswinkel  $\alpha_T$  und auf die Rückstreuverteilung scheint möglich.

Ferner wurden Möglichkeiten der Anwendung elektrostatischer Spektrometer in der Rasterelektronenmikroskopie betrachtet. Der Einsatz der toroidalen Spektrometer ist aufgrund ihrer komplexen Transmissionscharakteristik begrenzt. Die angestrebte hohe Lichtstärke aufgrund der Rotationssymmetrie konnte nicht umgesetzt werden, da die im ringförmigen Detektionsszintillator erzeugten Lichtblitze den angeflanschten Photomultiplier nicht erreichen. Daher erscheint es sinnvoller, für Anwendungen der Mikrotomographie ein Spektrometer mit besserer Auflösung und größerem Elektrodenabstand, wie z. B. das hier betrachtete sphärische Spektrometer, zu verwenden. Die eventuell geringere Lichtstärke kann durch einen empfindlicheren Detektor, wie z. B. eine Si-Avalanchediode, kompensiert werden. Ein solches Spektrometer ist zwar weniger kompakt als ein toroidales Rau-Spektrometer, jedoch

könnte es oberhalb der letzten Objektivlinse montiert werden. Moderne Rasterelektronenmikroskope verwenden bereits diese Anordnung des Rückstreudetektors als sog. Inlense-System. Die an der Probe rückgestreuten Elektronen gehen in umgekehrter Richtung erneut durch die Objektivlinse und erreichen den Detektor. An dieser Stelle im Rasterelektronenmikroskop ist auch ausreichend Platz für ein Rückstreuelektronenspektrometer.

## Anhang A:      Datenblatt der Si-Avalanchediode C30921E

Daten:

typ. Durchbruchspannung	230 V
Anstiegszeit	0,5 ns
Kapazität	1,6 pF
Dunkelstrom	$< 3 \cdot 10^{-8}$ A
Empfindlichkeit bei 830 nm	77 A/W
Quanteneffizienz bei 830 nm	77%

Die Diode ist für die Detektion von Lichtquanten optimiert. Für diese Arbeit wurde das Gehäuse (TO-18) geöffnet und der Lichtwellenleiter an der Diodenoberseite entfernt. Die Elektronen fallen bei diesen Experimenten direkt auf den PIN-Übergang. Die Quanteneffizienz unter Elektronenbestrahlung, die sich von der für Licht unterscheidet, läßt sich nur schwer messen. Die maximale Elektronenrate der Detektor-Pulszählelektronik liegt bei  $50\,000\text{ s}^{-1}$ , entsprechend einem Strahlstrom von 8 fA. Die Empfindlichkeit der Diode wird sich beim Elektronenbeschuß auch von der für Licht unterscheiden, jedoch muß diese nicht quantitativ bekannt sein, da eine Pulszählelektronik verwendet wird.

Eine exemplarische Messung der Quantenausbeute der Diode wurde durchgeführt, indem der Elektronenstrahl in der Streuapparatur (Kap. 3.1) zunächst direkt auf die Diode und danach in den Faradaybecher geleitet wurde. Der Strahlstrom an diesem wurde mit dem Verstärker LCA-30-1T (Kap. 3.4.3) zu  $(7,0 \pm 0,5)$  fA gemessen. Mit der Diode wird eine Zählrate von  $(38 \pm 1) \cdot 10^3\text{ s}^{-1}$  registriert, die einem Strahlstrom von  $(6,1 \pm 0,2)$  fA entspricht. Nach dieser Messung beträgt die Quanteneffizienz der Diode  $(87 \pm 10)\%$ .

Die Genauigkeit der Messung ließe sich sicherlich in einem gegenüber der Streuapparatur einfacheren Aufbau mit kürzeren Signalwegen realisieren, der weniger Störeinflüssen unterliegt. Eine deutlich genauere Messung scheint nur möglich, wenn der Strahlstrom nicht mit dem Faradaybecher gemessen wird, sondern mit einer anderen Methode.

Die untere Energieschwelle der Diode liegt ungefähr bei 3 keV, wie sich z. B. aus Abb. 4.24 sofort ersehen läßt. Daraus kann die Dicke der Deckschicht oberhalb des pn-Übergangs bestimmt werden. Mit Gl. 2.13 ergibt sich die Massendicke  $50\text{ }\mu\text{gcm}^{-2}$ . Die Deckschicht dürfte aus einer dünnen Goldelektrode (einige nm dick) und einer dotierten Si-Schicht (ungefähr 200 nm dick) bestehen.

Die durch den Elektroneneinfall ausgelösten Lawinen werden in der nachfolgenden Pulszählelektronik registriert, deren untere Schwelle auf einen Dunkelstrom von  $1\text{ s}^{-1}$  eingestellt wird. Die untere Schwelle hängt stark von der negativen Vorspannung der Diode ab und beeinflusst andererseits die untere Energieschwelle des Detektorsystems. Besitzen die Elektronen eine ausreichende Energie, ist stets eine Einzelelektronendetektion möglich.

## Anhang B: Listing der Meßwerterfassungssoftware SDES

Sprache: C<sup>++</sup>, Projektname „Spektrum“

Anmerkung: Alle Befehle, deren Namen mit den Buchstaben „CB“ beginnen, sind keine Standardbefehle von C<sup>++</sup>, sondern gehören zu der verwendeten A/D-D/A-Wandlerkarte CIO-DAS08-AOH von Computer Boards und werden mit „cbw.h“ eingebunden.

---

### 1) Spektrum.h

```
//Bezeichner für Menüs
#define Bezeichner11 101
#define Bezeichner12 102
#define Bezeichner13 103
#define Bezeichner14 104
#define Bezeichner21 105
#define Bezeichner31 106
#define Bezeichner41 107

//Definitionen für Kommunikation mit der A/D-Karte
#define BOARD_NUM 0
#define ADRANGE UNI10VOLTS

//Bezeichner für Parametereingabe Dialogfenster
#define bezeichnerUntergr 201
#define bezeichnerObergr 202
#define bezeichnerSchrittw 203
#define bezeichnerEinstellzeit_HV 204
#define bezeichnerSamples 205
#define bezeichnerAbtastrate 206
#define bezeichnerDateiname 207
#define bezeichnerZusatzInfo 208

//Bezeichner für Kontrollfelder im Hauptfenster
#define BezeichnerEinstellenKanal 401
#define BezeichnerKanal 402
#define BezeichnerSignalF 403
```

---

### 2) Spektrum.rc

```
#include<windows.h>
#include "spektrum.h"
#ifndef RC_INVOKED

//Deklaration der Dialog-Box zur Eingabe der Parameter
Parametereingabe DIALOG DISCARDABLE LOADONCALL PURE MOVEABLE 10,10,300,300
STYLE DS_MODALFRAME | WS_POPUP | WS_CAPTION | WS_SYSMENU | WS_VISIBLE

CAPTION "Parametereingabe"
FONT 8, "MS Sans Serif"
BEGIN
    LTEXT "Untergrenze des Spektrums:",301,5,20,100,10, NOT WS_GROUP
    EDITTEXT bezeichnerUntergr, 110,20,40,12
    LTEXT "Kanal",302,160,20,20,8, NOT WS_GROUP
    LTEXT "Obergrenze des Spektrums:",303,5,40,100,10, NOT WS_GROUP
    EDITTEXT bezeichnerObergr, 110,40,40,12
    LTEXT "Kanal; max. 3287 entspricht ca. 22.5 keV",304,160,40,135,10, NOT WS_GROUP
    LTEXT "Schrittweite:",305,5,60,100,10, NOT WS_GROUP
    EDITTEXT bezeichnerSchrittw, 110,60,40,12
    LTEXT "Kanäle",306,160,60,30,10, NOT WS_GROUP
    LTEXT "je Kanal ca. 5,5 eV; je 1 keV ca. 180 Kanäle; 20 keV ca. Kanal 3641",315,5,75,290,10, NOT WS_GROUP
    LTEXT "Einstellzeit der HV:",307,5,100,100,10, NOT WS_GROUP
    EDITTEXT bezeichnerEinstellzeit_HV, 110,100,40,12
    LTEXT "ms",308,160,100,10,10, NOT WS_GROUP
    LTEXT "Zahl der Meßwerte pro HV:",309,5,120,100,10, NOT WS_GROUP
    EDITTEXT bezeichnerSamples, 110,120,60,12
    LTEXT "Samples",310,180,120,40,10, NOT WS_GROUP
    LTEXT "Abtastrate der Samples:",311,5,140,100,10, NOT WS_GROUP
    EDITTEXT bezeichnerAbtastrate, 110,140,40,12
    LTEXT "ms",312,160,140,10,10, NOT WS_GROUP
    LTEXT "Dateiname:",313,5,160,100,10, NOT WS_GROUP
    EDITTEXT bezeichnerDateiname,110,160,160,12
    LTEXT "Bitte beachten: Pfadangabe möglich, Dateiname selbst max. 8 Zeichen",314,5,175,290,10, NOT WS_GROUP
    LTEXT "Weitere Meßparameter:",315,5,195,100,10, NOT WS_GROUP
    EDITTEXT bezeichnerZusatzInfo, 110,195,180,65, ES_MULTILINE | ES_WANTRETURN | ES_AUTOHSCROLL |
    ES_AUTOVSCROLL
```

```

DEFPUSHBUTTON "&OK", IDOK, 100,270,30,20
PUSHBUTTON "&Cancel", IDCANCEL, 140,270,30,20
END

MENU_1 MENU
{
    POPUP "&Datei"
    {
        MENUITEM "&Oeffnen", Bezeichner11
        MENUITEM "&Speichern", Bezeichner12
        MENUITEM "Speichern&Unter", Bezeichner13
        MENUITEM SEPARATOR
        MENUITEM "&Beenden", Bezeichner14
    }
    MENUITEM "&Parameter", Bezeichner21
    POPUP "&Start"
    {
        MENUITEM "&Start", Bezeichner31
    }
    POPUP "&Version"
    {
        MENUITEM "&Versionsnummer", Bezeichner41
    }
}
#endif

```

### 3) Spektrum.cpp

```

// Version 3.0

//Überarbeitungen:
//2.1: D/A-Kanal 0 gibt 0-5V aus, D/A-Kanal 1 gibt 0-10V aus; EinstellzeitHV nun mit
// 5 zählenden Stellen; neue Standardwerte für Parameterfenster
//2.1b: Ausgabedatei *.dat enthält nur noch den Meßwert, nicht mehr die Kanalnummer
//3.0: Asymmetrische Ausgabe der AblenkHV: HV(-) = -1,2461538*HV(+), damit liegt die
// Nullpotentialkugeloberfläche in der Mitte zwischen den Elektroden,
// Höchste Kanalnummer: 3287
#include<owlapplicat.h>
#include<fstream.h>
#include<string.h>
#include<string.h>
#include<owlframewin.h>
#include<owledit.h>
#include<owldialog.h>
#include<owlbutton.h>
#include<owlcdc.h>
#include<owlwindow.h>
#include<mem.h>
#include<dos.h>
#include<stdio.h> //für sprintf
#include "spektrum.rc"
#include "spektrum.h"
#include "cbw.h"
// #include<math.h>

float Messwert[4095]; //Array, in das Meßwerte geschrieben werden
bool FlagSchonGespeichert = true; //Flag, das protokolliert, ob Meßdaten gespeichert sind
//wird bei jedem Scandurchlauf auf 'false' gesetzt
//Deklarationen, die für Dialog-Eingabefenster nötig sind
//-----
const MaxDatNameLen=40;
const MaxZusatzInfoLen=100;
struct TTransferBuffer
{
    char Untergr[5], Obergr[5], Schrittw[5], Einstellzeit_HV[6], Samples[7], Abtastrate[5];
    char Dateiname[MaxDatNameLen];
    char ZusatzInfo[MaxZusatzInfoLen];
};
class ParameterDialog : public TDialog
{
public:
    ParameterDialog(TWindow *parent, TTransferBuffer *ParameterBuffer,
        TModule *module = 0 );
};
ParameterDialog::ParameterDialog(TWindow *parent, TTransferBuffer *ParameterBuffer, TModule *module)
    : TDialog(parent, "Parametereingabe", module)
{
    new TEdit(this, bezeichnerUntergr, 5);
    new TEdit(this, bezeichnerObergr, 5);
    new TEdit(this, bezeichnerSchrittw, 5);
    new TEdit(this, bezeichnerEinstellzeit_HV, 6);
    new TEdit(this, bezeichnerSamples, 7);
    new TEdit(this, bezeichnerAbtastrate, 5);
    new TEdit(this, bezeichnerDateiname, MaxDatNameLen);
    new TEdit(this, bezeichnerZusatzInfo, MaxZusatzInfoLen);
    SetTransferBuffer(ParameterBuffer);
}

```

```

//----- //Eigene Funktion für Delay
void DelaySecs(DWORD dwSecs)
{
    #if (WINVER >=0x400)
        Sleep(dwSecs * 1L);
    #else
        DWORD dwTime=GetTickCount() + (dwSecs * 1L);
        while (GetTickCount() < dwTime);
    #endif
}

//----- // Deklaration der Klasse, die die Windows-Anwendung erzeugt
class Hauptfenster : public TWindow
{
public:
    Hauptfenster(TWindow *parent=0); //abgeleitete Methoden
    void Datei_Oeffnen(); //ab hier neu definierte
    void Datei_Speichern(); //Methoden
    void Datei_SpeichernUnter();
    void Datei_Beenden();
    void Parameter();
    void Einzelwert();
    void Scan_Start();
    void VersionsNummer();
    void VersionsNummer();

protected:
    bool CanClose();
    void Paint(TDC&, bool, TRect&);
    void KanalEinstellen();

private:
    DECLARE_RESPONSE_TABLE(Hauptfenster);
    TTransferBuffer ParameterBuffer;
    TEdit *Kanal, *SignalF;
};

Hauptfenster::Hauptfenster(TWindow *parent) : TWindow(parent)
{
    Init(parent, 0, 0);
    //Initialisierung des Meßwert-Arrays auf 0
    int i;
    for (i=0;i<=4095;i++) Messwert[i]=0.0; //Initialisierung der Parameter vor erstem Aufruf:
    memset(&ParameterBuffer, 0, sizeof(ParameterBuffer));
    Istropy(ParameterBuffer.Untergr, "1");
    Istropy(ParameterBuffer.Obergr, "3287");
    Istropy(ParameterBuffer.Schrittw, "1");
    Istropy(ParameterBuffer.Einstellzeit_HV, "1000");
    Istropy(ParameterBuffer.Samples, "10000");
    Istropy(ParameterBuffer.Ablastrate, "0");
    Istropy(ParameterBuffer.Dateiname, "Test01.dat");
    Istropy(ParameterBuffer.ZusatzInfo, "Einstellung Ratemeter: max. ");
    //Erstellung Editfelder mit Voreinstellung und Kontrollbuttons
    new TStatic(this, -1, "Kanal", 520, 50, 100, 20);
    new TStatic(this, -1, "Signal", 720, 50, 100, 20);
    Kanal = new TEdit(this, BezeichnerKanal, "", 520, 75, 80, 30);
    Kanal->SetWindowText("0");
    SignalF = new TEdit(this, BezeichnerSignalF, "", 720, 75, 80, 30);
    SignalF->SetWindowText("0");
    new TButton(this, BezeichnerEinstellenKanal, "Einstellen", 615, 75, 90, 30);
};

DEFINE_RESPONSE_TABLE1(Hauptfenster, TWindow)
    EV_COMMAND(Bezeichner11, Datei_Oeffnen),
    EV_COMMAND(Bezeichner12, Datei_Speichern),
    EV_COMMAND(Bezeichner13, Datei_SpeichernUnter),
    EV_COMMAND(Bezeichner14, Datei_Beenden),
    EV_COMMAND(Bezeichner21, Parameter),
    EV_COMMAND(Bezeichner31, Scan_Start),
    EV_COMMAND(Bezeichner41, VersionsNummer),
    EV_WM_LBUTTONDOWN,
    EV_BN_CLICKED(BezeichnerEinstellenKanal, KanalEinstellen),
END_RESPONSE_TABLE;

void Hauptfenster::Datei_Oeffnen()
{
    {
        MessageBox("Datei öffnen");
    }
}

void Hauptfenster::Datei_Speichern()
{
    int i;
    bool flag1;
    char meldung[256];
    fstream MessDatei, ParamDatei; //2 Dateien für Meßwerte bzw. Parameter
    ifstream vorhandeneDatei; //Dummyvariable gegen unbeabs. Überschreiben
    char MessDateiname[MaxDatNameLen], ParamDateiname[MaxDatNameLen];
    char TxtExtention[4] = "txt."; //Zuweisung der beiden Dateinamen: Meßwertdatei wie vom Benutzer
    // eingegeben, Parameterdatei immer mit der Endung ".txt"
    //Zuerst Meßdateiname
    for (i=0;i<=MaxDatNameLen;i++) MessDateiname[i]=ParameterBuffer.Dateiname[i];
    //Nun Parameterdateiname mit Endung ".txt"
    strcpy(ParamDateiname, MessDateiname); //Dateinamen kopieren
    strrev(ParamDateiname); //Dateinamen umdrehen
    strncpy(ParamDateiname, TxtExtention, 4); //Auf die ersten 4 Stellen die inverse Extention kopieren
}

```



```

    strrev(ParamDateiname);
    //Dateinamen zurüchdrehen
    //Nun gucken, ob Datei gleichen Namens existiert: falls ja, dann Nutzer nach
    //Überschreiben fragen; Alles wird von flag1 kontrolliert
    vorhandeneDatei.open(MessDateiname, ios::nocreate|ios::in);
    flag1 = true;
    if (vorhandeneDatei)
    {
        sprintf(meldung, "Die Datei existiert bereits! Drücken Sie auf 'OK' zum Überschreiben oder auf 'ABBRECHEN' zum Abbruch.
Dann geben Sie bitte unter 'Parameter' einen neuen Namen ein und Speichern erneut.");
        if (MessageBox(meldung, "Achtung!", MB_OKCANCEL) == IDCANCEL) flag1 = false;
    }

    //Jetzt speichern nur, falls flag1 = true
    if (flag1)
    {
        //Zuerst Meßwertdatei speichern
        MessDatei.open(MessDateiname, ios::out);
        MessDatei<<MessDateiname<<endl;
        for (i=1; i<=4096; i++)
        {
            //MessDatei<<i;
            //MessDatei<<" ";
            MessDatei<<Messwert[(i-1)]<<endl;
        }
        MessDatei.close();

        //Nun Parameterdatei speichern
        ParamDatei.open(ParamDateiname, ios::out);
        ParamDatei<<"SDES hat folgende Meßparameter gespeichert:"<<endl<<endl;
        ParamDatei<<ParamDateiname<<endl;
        ParamDatei<<"Untergrenze des Spektrums: Kanal "<<ParamaterBuffer.Untergr<<endl;
        ParamDatei<<"Obergrenze des Spektrums: Kanal "<<ParamaterBuffer.Oberg<<endl;
        ParamDatei<<"Schrittweite des Spektrums: "<<ParamaterBuffer.Schritt<<" Kanäle"<<endl;
        ParamDatei<<"Einstellzeit der HV: "<<ParamaterBuffer.Einstellzeit_HV<<" ms"<<endl;
        ParamDatei<<"Zahl der Samples: "<<ParamaterBuffer.Samples<<endl;
        ParamDatei<<"Abtastrate der Samples: "<<ParamaterBuffer.Abtastrate<<" ms"<<endl;
        ParamDatei<<"Weitere Meßparameter: "<<endl<<ParamaterBuffer.ZusatzInfo<<endl;
        ParamDatei.close();

        FlagSchonGespeichert = true;
    }
    Invalidate();
}
void Hauptfenster::Datei_SpeichernUnter()
{
    MessageBox("Bitte unter 'Parameter' den gewünschten Dateinamen eingeben und dann mit 'Datei_Speichern' speichern.", "");
}
void Hauptfenster::Datei_Beenden()
{
    Parent->SendMessage(WM_CLOSE);
    //Parent-> nicht notwendig
}
void Hauptfenster::Parameter()
{
    ParameterDialog(this, &ParamaterBuffer).Execute();
    Invalidate();
}
void Hauptfenster::Einzelwert()
{
    MessageBox("Bald auch Einzelwert", "");
}
void Hauptfenster::Scan_Start()
{
    bool flag1 = true;
    if (!FlagSchonGespeichert) //Falls alte Messung noch nicht gespeichert, erfolgt Abfrage auf Überschreiben
    {
        if (MessageBox("Die alte Messung ist noch nicht gespeichert! \n Drücken Sie auf 'OK', um die alten Meßwerte zu überschreiben.", "Achtung", MB_OKCANCEL) == IDCANCEL)
        {
            flag1 = false;
        }
    }

    if (flag1)
    {
        //Neuer Scan nur, falls alter gespeichert ist, oder Nutzer explizit Überschreiben wünscht
        //Nach jedem Aufruf von Scan_Start müssen Meßdaten gespeichert werden:
        FlagSchonGespeichert = false;

        //Deklaration für kürzere Schreibweisen
        int i, j;
        double untergr, oberg, schritt, einstellz, samples, abtastr;

        // double floor(double x);
        //Funktion aus math.h , die abrundet

        float signal;
        unsigned AD_WertderKarte;
        untergr=atof(ParamaterBuffer.Untergr);
        untergr-=1;
        oberg=atof(ParamaterBuffer.Oberg);
        oberg-=1;
        schritt=atof(ParamaterBuffer.Schritt);
        einstellz=atof(ParamaterBuffer.Einstellzeit_HV);
        samples=atof(ParamaterBuffer.Samples);
        abtastr=atof(ParamaterBuffer.Abtastrate);

        //Array Messwert[i] bis Untergrenze mit 0 füllen
        for (i=0; i<untergr; i++)
        {

```

```

        Messwert[i]=0;
    }

    for (i=(obergr+1);i<=4095;i++)
    {
        Messwert[i]=0;
    }

    //HV einstellen und etwas abwarten
    cbAOut(0, 0, 0, untergr);
    cbAOut(0, 1, 0, ((int)(untergr*1.24615378)) );
    cbAOut(0, 1, 0, ((int)(untergr*1.0)) );
    DelaySecs(1000L);

    //Array Messwert[i] mit Messwerten füllen zw. Unter- und Obergrenze
    //Einlesen der Meßwerte unter Berücksichtigung der Schrittweite
    for (i=untergr;i<=obergr;i=i + schrittw)
    {
        cbAOut(0, 0, 0, i);
        cbAOut(0, 1, 0, ((int)(i*1.24615378)) );
        cbAOut(0, 1, 0, ((int)(i*1.0)) );
        DelaySecs(einstellz);
        signal=0.0;
        for (j=1;j<=samples;j++)
        {
            cbAIn(0, 0, ADRANGE, &AD_WertderKarte);
            signal +=AD_WertderKarte;
            DelaySecs(abtastr);
        }
        signal = signal/samples;
        Messwert[i] = signal;

        //Mittelwert der Samples bilden
        //Die zwischen zwei Meßpunkten liegenden Zeilen des Arrays Messwert[i]
        //mit dem unteren Meßwert füllen
        for (j=(i+1);j<=(i+schrittw);j++)
        {
            Messwert[j] = Messwert[i];
        }
    }
    Invalidate();
    cbAOut(0, 0, 0, 0);
    cbAOut(0, 1, 0, 0);
}
//Ende if (flag1)

void Hauptfenster::VersionsNummer()
{
    MessageBox("Version 3.0, August 1999 \n Geschrieben in Borland 4.52 C++", "SDES von Dirk Berger");
    Invalidate();
}

bool Hauptfenster::CanClose()
{
    if (!FlagSchonGespeichert)
    {
        MessageBox("Die Daten sind noch nicht gespeichert!", "Programm nicht beendbar");
        return false;
    }
    else
        return IDYES == MessageBox("SDES wirklich beenden?", "Frage", MB_YESNO | MB_ICONQUESTION);
}

void Hauptfenster::Paint(TDC& dc, bool, TRect&)
{
    //Zunächst Oszilloskopbildschirm zeichnen
    TPen pPenHellgrau(TColor::LtGray);
    TPen pPenGrau(TColor::Gray,10);
    TPen pPenWeiss(TColor::White);
    TPen pPenRot(TColor::LtMagenta);
    TBrush pBrushSchwarz(TColor::Black);
    dc.SelectObject(pBrushSchwarz);
    dc.Rectangle(60,50,480,360);
    dc.SelectObject(pPenHellgrau);
    dc.Rectangle(55,45,486,366);
    dc.SelectObject(pPenHellgrau);
    dc.MoveTo(60,55);dc.LineTo(480,55);
    dc.MoveTo(60,115);dc.LineTo(480,115);
    dc.MoveTo(60,175);dc.LineTo(480,175);
    dc.MoveTo(60,235);dc.LineTo(480,235);
    dc.MoveTo(60,295);dc.LineTo(480,295);
    dc.MoveTo(60,355);dc.LineTo(480,355);
    //horizontale Hilfslinien
    dc.SelectObject(pPenWeiss);
    dc.MoveTo(65,50);dc.LineTo(65,360);
    dc.MoveTo(116,50);dc.LineTo(116,360);
    dc.MoveTo(167,50);dc.LineTo(167,360);
    dc.MoveTo(219,50);dc.LineTo(219,360);
    dc.MoveTo(270,50);dc.LineTo(270,360);
    dc.MoveTo(321,50);dc.LineTo(321,360);
    dc.MoveTo(372,50);dc.LineTo(372,360);
    dc.MoveTo(423,50);dc.LineTo(423,360);
    dc.MoveTo(475,50);dc.LineTo(475,360);
    //vertikale Hilfslinien
    //andere Farbe, damit sie gleich erscheinen
    //gleich erscheinen
    //Beschriftung der Achsen

```

```

LOGFONT MyLogFont={-12,0,0,0,0,FALSE,FALSE,FALSE,ANSI_CHARSET,
                                                                OUT_DEFAULT_PRECIS,CLIP_DEFAULT_PRECIS,
                                                                DEFAULT_QUALITY,VARIABLE_PITCH|FF_SWISS};

dc.SetTextColor(TColor::Black);
dc.SelectObject(TFont(&MyLogFont));
dc.TextOut(30,49,"100");
dc.TextOut(33,109,"80");
dc.TextOut(33,169,"60");
dc.TextOut(33,229,"40");
dc.TextOut(33,289,"20");
dc.TextOut(38,349,"0");
dc.TextOut(62,375,"1");
dc.TextOut(157,375,"1024");
dc.TextOut(258,375,"2048");
dc.TextOut(360,375,"3072");
dc.TextOut(463,375,"4096");
MyLogFont.lfHeight=-20; //x-Achsenbeschriftung
dc.SelectObject(TFont(&MyLogFont));
dc.TextOut(249,395,"Kanal");
MyLogFont.lfEscapement=-900; //y-Achsenbeschriftung
dc.SelectObject(TFont(&MyLogFont));
dc.TextOut(2,250,"Signal [a.u.]");

int i,j; //Ausgabe von Meßpunkten
//Neues Array für Bildschirmausgabe, das immer über 10
// Punkte aus Messwert[i] mittelt

float y[409];
for (i=0;i<=409;i++) y[i] = 0.0;
for (i=0;i<=409;i++)
{
    for (j=0;j<=9;j++)
    {
        if (((10*i)+j)<=4095) y[i] += Messwert[(10*i) + j];
    }
} //Das Array y[i] mit i=(0 ...409) enthält nun das auszugebene Spektrum,
//wobei die einfachen Messwerte bisher noch aufsummiert sind
//Nun Skalierung von y[i] auf den größten Wert
//Zuerst Such nach größtem Meßwert -> a

float a;
a = 0;
for (i=0;i<=409;i++)
{
    if (y[i]>a)
        a = y[i];
}
if (a>0) //Nun Skalierung
{
    for (i=0;i<=409;i++) y[i]=y[i] / a;
}
dc.SelectObject(pPenRot); //Jetzt die Ausgabe
dc.MoveTo(65,355);
for (i=0;i<=409;i++)
{
    dc.LineTo( (65+i*1),(355-(300*y[i])) );
}
}

void Hauptfenster::KanalEinstellen() //im Hauptfenster befinden sich 2 Edit-Felder für Kanal und Signal
//Der Nutzer gibt einen Kanal im Editfeld "Kanal" ein und nach
//Drücken des Kontrollbuttons "Einstellen" erscheint das zugehörige
//Signal im Editfeld "Signal"

{
    int size;
    char *str;
    unsigned AD_WertderKarte;
    double AD_Wert;

    str = new char[size=Kanal->GetWindowTextLength()+1];
    Kanal->GetWindowText(str, size); //Einlesen der Kanalnummer und Einstellen der HV
    if (isalpha(str[0])) //Abfrage, ob Buchstabe
        MessageBox("Als Kanalnummer sind nur Ziffern möglich!", "Fehler");
    else
    {
        double Kanalnummer = atof(str);
        if (Kanalnummer >=1 && Kanalnummer <=3287)
        {
            cbAOut(0, 0, 0, (Kanalnummer-1));
            cbAOut(0, 1, 0, ((int)((1.2461538*(Kanalnummer-1)))));
            cbAOut(0, 1, 0, ((int)((1.0*(Kanalnummer-1)))));
            DelaySecs(1000);
        }
        else MessageBox("Kanalnummer muß zwischen 1 und 3287 liegen", "Fehler");
    }
}

delete(str); //Auslesen des Signal und Anzeige und Abschalten der HV

cbAIn(0, 0, ADRANGE, &AD_WertderKarte);
AD_Wert=AD_WertderKarte; //Typenumwandlung unsigned->double
char string[5];
sprintf(string, "%g", AD_Wert);
SignalF->SetWindowText(string);
}

```

```

//Ende Windows-Anwendung-----
//-----
//Deklaration des Programms

class SDES : public TApplication
{
public : SDES();
void InitMainWindow();
};

SDES::SDES() : TApplication() {nCmdShow = SW_SHOWMAXIMIZED;};

void SDES::InitMainWindow()
{
SetMainWindow(new TFrameWindow(0, "SDES - SpektrometerDatenerfassungsSoftware von Dirk Berger",
new Hauptfenster()));
GetMainWindow()->AssignMenu("MENU_1");
};

int OwlMain(int /*argc*/, char /**argv*/ [])
{
return SDES().Run();
}

```

## Anhang C:      Aufdampfanlage

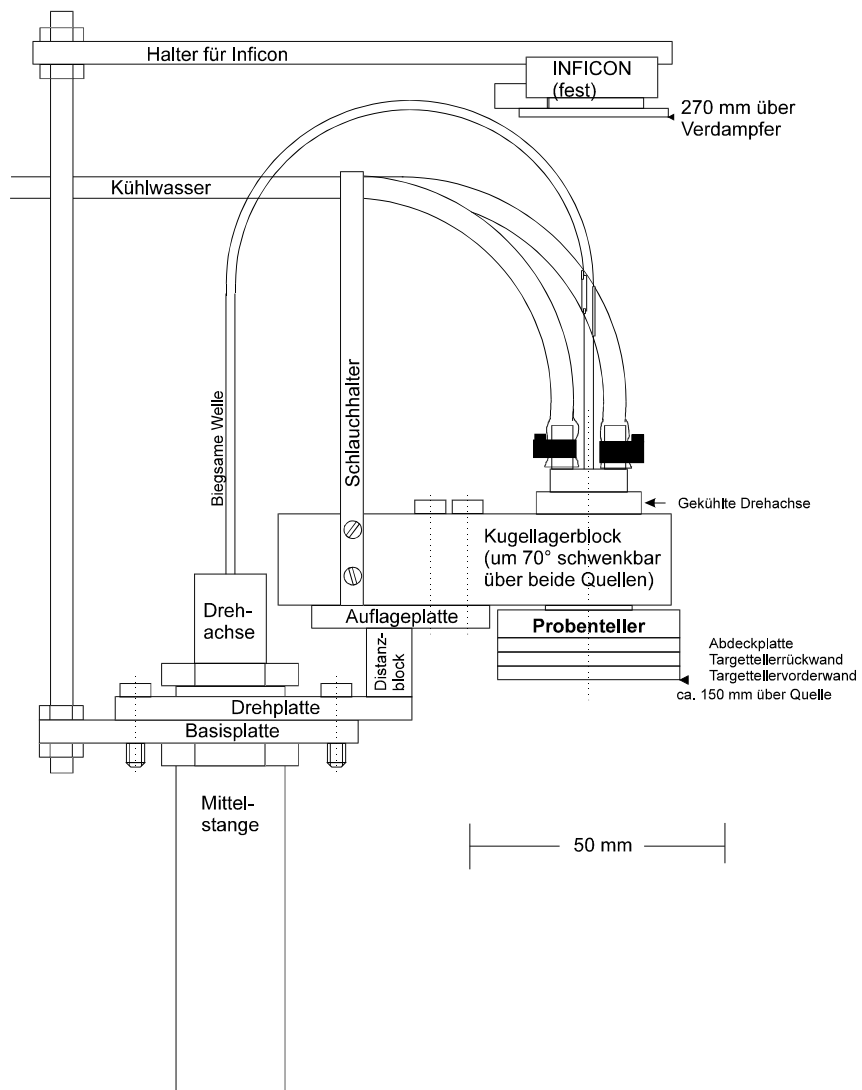
Für die Herstellung der dünnen freitragenden Schichten mußte eine kommerzielle Anlage (Univex 300 der Firma Leybold-Heraeus) gereinigt und wieder in Betrieb genommen werden (s. Kap. 3.6.2). Ferner war ein neuer Probenhalter (s. Fig. A.1 + A.2) zu konstruieren, dessen Spezifikationen in Kapitel 3.6.2 dargestellt sind.

Der obere Teil des Probenhalters besteht aus einem Kugellagerblock, in dem sich der Probenhalter drehen kann. Der Kugellagerblock ist über eine Mechanik, die das Verschwenken des kompletten Probenhalters über den thermischen bzw. den Elektronenstrahl-Verdampfer erlaubt, an der standardmäßigen Mittelstange der Univex 300 befestigt. Die Drehbewegung (Drehbewegung) des Probenhalters wird von außen über eine biegsame Welle übertragen. Die Drehachse und der Körper des Probenhalters werden innen mit Wasser gekühlt, das von außen über flexible Silikonschläuche zugeleitet wird.

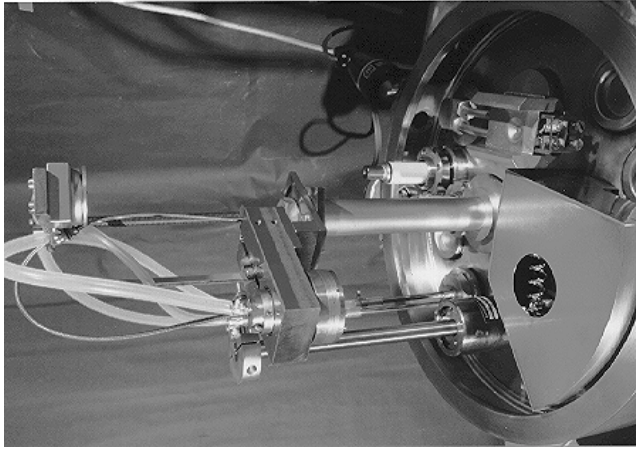
Auf den Probenhalter wird von unten die zweiteilige Probenaufnahme (Fig. A.3) geschraubt. Es gibt verschiedene Ausführungen von Probenaufnahmen für die Halterung von Kupfernetzchen verschiedener Größen (Durchmesser 2,3 mm und 3,05 mm), Glasplättchen, Folien usw. Diese Proben befinden sich  $(150 \pm 5)$  mm über den Verdampfern.

Weiter oben an der Probenhalterung ist der kommerzielle Schwingquarzkopf (Inficon) angebracht, der ebenfalls durch Wasser gekühlt wird (in Fig. A.1 nicht dargestellt). Der Schwingquarz selbst befindet sich  $(270 \pm 5)$  mm über den Verdampfern, also fast in der doppelten Entfernung der Proben. Die Aufdampftrate ist dementsprechend auf ein Viertel herabgesetzt, und der Schwingquarz ist länger einsetzbar.

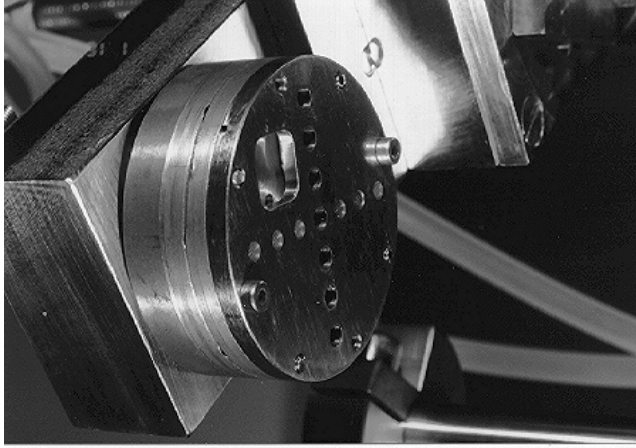
# Neue, drehbare und kühlbare Probenhalterung für die UNIVEX 300



**Abb. A1:** Schematische Skizze der neuen Probenhalterung der Aufdampfanlage



**Abb. A.2:** Ansicht der Vakuumkammer der Aufdampfanlage Univex 300 mit abgenommener Glocke: in "Augenhöhe" ist der Schwinquarkopf zu sehen, darunter befindet sich der Kugellagerblock mit dem drehbaren Probenteller, am Boden der Anlage sieht man rechts den Elektronenstrahlverdampfer und links die Verdampferglühwende, die mit Edelstahlblechen abgedeckt ist, der gesamte Kugellagerblock lässt sich über die beiden Verdampfer schwenken



**Abb. A.3:** Ansicht des Probentellers von unten: die unterste Scheibe ist als Maske ausgearbeitet, in der die Proben eingelegt werden, die zweite Scheibe von unten wird dann von oben auf die Maske geschraubt, zuletzt werden beide Scheiben an dem Probenteller von unten angeschraubt, es gibt verschiedene Masken für Probennetzchen, Glasplättchen und Folien zur Aufnahme von Proben und Referenzproben

## Anhang D: Kooperationspartner

Teile dieser Arbeit sind in Kooperationsprojekten mit den folgenden Partnern entstanden:

Dipl. Phys. F. Schlichting Arbeitsgruppe Prof. Niedrig TU-Berlin schlichting@physik.tu-berlin.de	Gemeinsame konstruktive Umsetzung des Berliner Rau-Spektrometers an den Werkstätten der TU-Berlin; gemeinsame Charakterisierung des Spektrometers an einem eigens dafür eingerichteten Meßplatz bei Prof. Rau, Moskau; Messung der Schichtdicken anhand von Rückstreuenspektren
Prof. M. Filippov Arbeitsgruppe Prof. Rau Moscow State University fil@pel151.phys.msu.su	Gemeinsame Charakterisierung des Moskauer Rau-Spektrometers an Meßplätzen in Berlin und Moskau; gemeinsamer Aufbau des Meßplatzes zur Charakterisierung des Berliner Rau-Spektrometers in Moskau
Dr. S.I. Zaitsev Institute of Microelectronics Technology, RAS, Chernogolovka, Rußland zaitsev@ipmt-hpm.ac.ru	Diskussion der Ergebnisse seiner Monte-Carlo Simulationen der Elektronenstreuung anhand vorhandener und eigens angefertigten Messungen dieser Arbeit

## Anhang E: Captions in English language

Figure Caption

- 2.1 Hyperbolic trajectory of an electron in the electrostatic field of an atomic nucleus
- 2.2 Schematic spectrum of backscattered electrons, scaling of abscissa for primary electron energy 20 keV
- 2.3 Measured EELS-spectrum of Bornitrid [Egerton 1981] showing elastic peak, plasmon and K-shell ionisation (scaling 436x), hatched areas are important for microanalysis
- 2.4 General scheme of Monte Carlo simulations, underlined values are determined by use of random numbers
- 2.5 Comparison of differential cross-sections (unscreend potential) for Al (left) and gold (right) for energies 1 and 20 keV, Rutherford-cross-section according eq. 2.2 and Mott-cross-section with tabulated data from [Reimer 1984b]
- 2.6 Comparison of different energy loss function (continuous slowing down approximation)
- 2.7/8 Spectra of transmitted (left) and backscattered(right) electrons: comparison between measurement („Messung“) and Monte-Carlo simulations with continuous slowing down („kontinuierliche Verluste“) and energy loss fluctuations („statistische Verluste“)
- 2.9 Scheme of Landau's diffusion equation
- 2.10 Landau's function for energy loss fluctuations and comparison to well known Gauß' and Lorentz' distribution

- 3.1 View of the setup for angular resolved scattering experiments
- 3.2 Electron optic of angular resolved scattering experiments
- 3.3 Sample and detector holders inside the vacuum chamber for angular resolved measurements, upper: Si-avalanchediode for energy integrated measurements, lower: spherical spectrometer for energy selective detection
- 3.4 Coordinate system for representing angular distributions a) and usual polar coordinates b)
- 3.5 Videoprint of imaging of a fully illuminated cu-grid (pitch 125  $\mu\text{m}$ ), for scattering experiments the beam will be focused on the target, distortions of the image are due to tilted view on the screen, magnification 25x
- 3.6 Removal of errors of the old data acquisition software, old version a), b); new version c), d)
- 3.7 View of the opened spherical spectrometer
- 3.8 Size of the spherical spectrometer
- 3.9 Spectrum of a monoenergetic electron beam with oscillating („mit Ripple“) and stabilised high voltage outputs („stabilisiert“)
- 3.10 Measured ripples of high voltage: a) oscillations leading to double peaks in Fig. 3.9, b) used high voltage supplies
- 3.11 Screenshots of the new data acquisition software SDES written in C++
- 3.12 Influence of the ratio of positive ( $U_1$ ) and negative deflecting high voltage  $U_2$  applied to the spherical spectrometer on spectra of a monoenergetic beam
- 3.13 View and electronoptics of the setup for the characterisation of the spherical spectrometer
- 3.14 Mounting of the spherical spectrometer on the sample holder of a SEM, at the spectrometer entrance a fluorescent screen is placed
- 3.15 Transmission characteristics of the spherical spectrometer with 310  $\mu\text{m}$ -diaphragms
- 3.16 Transmission characteristics of the spherical spectrometer for different diaphragms
- 3.17 Energy resolution of spherical spectrometer for different diaphragms
- 3.18 Transmission characteristics for different primary electron energies, 310  $\mu\text{m}$ -diaphragms
- 3.19 Transmission characteristics with Gaussian fit
- 3.20 Transmission characteristics of the spherical spectrometer for different electron energies and constant beam current
- 3.21 FWHM and area under transmission characteristics for different electron energies
- 3.22 Transmission characteristics for different beam positions at entrance diaphragm, each curve differs in a beam shift of 100  $\mu\text{m}$
- 3.23 Maximum intensity of transmission characteristics for different beam positions, Y-scan (see Abb. 3.8)
- 3.24 Maximum intensity of transmission characteristics for different beam positions, X-scan
- 3.25 Maximum intensity of transmission characteristics for different tilt angles of the spectrometer
- 3.26 Schematic view of toroidal spectrometers
- 3.27 Cut-off view of a toroidal Rau-spectrometer (Moscow) from Prof. Rau, Moscow
- 3.28 Size of the Rau-spectrometer (Berlin) developed in Berlin, A: ring exit slit, S: ring scintillator
- 3.29 Transmission characteristics of the Rau-spectrometer (Moscow) with exit slits of 200  $\mu\text{m}$
- 3.30 Influence of electrode's surface roughness on „wings“ in transmission characteristics [from Berger 1999c in English language]
- 3.31 Transmission characteristics of the toroidal Rau-spectrometer (Berlin) for two different tilt angles (difference 2 degrees) showing extremely different shapes



- 3.32 Influence of 1 mm-exit slit on transmission characteristics: energy resolution nearly constant, underground is reduced significantly
- 3.33 Energy dependence of transmission characteristics of the toroidal Rau-spectrometer (Berlin)
- 3.34 Area under transmission characteristics splitted in mean peak and underground
- 3.35 Measurement of surface curvature of polished bulk samples using a Tencor FLX-2320 by E. Pawlowski
- 3.36 Optical transmission spectra of 40 and 80 nm gold film measured using a Perkin Elmer 19 by C. Scharfenorth, resolution 0.8 nm
- 3.37 Simulation of transmission of 40.1 nm gold film with optical data by [Mayer 1950] using „Multilayer Calculation program“ by Fa. Leybold
- 3.38 Backscattered electron spectra (20 keV) for film thickness determination measured using the toroidal Rau-spectrometer (Berlin) in a SEM
- 3.39 Analysis of height of local maxima of backscattered electron spectra after subtraction of the Al-spectrum, the absolute position of the maxima are not analysed
  
- 4.1 Angular distribution of backscattering from Au for normal incidence; comparison of measurement (point), Monte-Carlo simulation (thick line) and cosine-function (thin line)
- 4.2/3 Angular distribution of backscattering from Al and Au for grazing incidence; comparison of measurement (point), Monte-Carlo simulation (thick line)
- 4.4 SE-image of the surface of the W-Cu-sample
- 4.5 Three-dimensional plot of the backscattering from W-Cu for different angles of incidence
- 4.6/7 Polar scans of the differential backscattering coefficient for different materials and azimuthal detector angles; electron incidence angle 70°
- 4.8 Angular distribution of the differential scattering coefficient of Au-films with different thicknesses and angles of incidence
- 4.9 Polar scans of the differential scattering coefficient of 125 nm Au, normal incidence
- 4.10 Polar scans of the differential scattering coefficient of 50 nm Au, normal incidence
- 4.11 Polar scans of the differential scattering coefficient of 125 nm Au, angle of incidence: 30°
- 4.12 Components of the new function of the angular distribution of transmitted electrons for all angles of incidence of primary electrons
- 4.13 Polarscans of the differential scattering coefficient of 50 nm Au, angle of incidence: 30°
- 4.14 Polarscans of the differential scattering coefficient of 40 nm AL, normal incidence
- 4.15 Comparison of measured angular distribution of transmitted electrons to twofold convolution of the Rutherford scattering cross section
- 4.16 Polar scans of the differential scattering coefficient of 40 nm AL, normal incidence, for different azimuthal take-off angles skaled to the maximum
- 4.17 Used multilayer sample, thickness of gold layers: 30 nm
- 4.18 Images of different layers of the multilayer sample with use of toroidal Rau-spectrometer at different energy windows
- 4.19 Backscattering spectra at different positions of the multilayer sample
- 4.20 Backscattering spectra of bulk samples with Rau-spectrometer (Moscow) at different energies
- 4.21 Backscattering spectra of bulk samples with Rau-spectrometer (Berlin)
- 4.22 Influence of surface roughness on backscattering spectra with Rau-spectrometer (Moscow)
- 4.23 Backscattering spectra of bulk samples and a free standing 50 nm film at different energies used for thickness determination

- 4.24 Quantitativ backscattering spectra of bulk samples with spherical spectrometer, energy resolution 0.55%
- 4.25 Comparison of measured spectra to Monte-Carlo simulation with energy loss fluctuations and continuous slowing down approximation
- 4.26 Backscattering spectra of bulk Au with spherical spectrometer for normal incidence and for different azimuthal take-off angles; comparison with results from [Bauer 1979]
- 4.27 Backscattering spectra of bulk Ag with spherical spectrometer for normal incidence and for different azimuthal take-off angles; comparison with results from [Hoffmann 1984] and [Bauer 1979]
- 4.28 Backscattering spectra of bulk AL with spherical spectrometer for normal incidence and for different azimuthal take-off angles; comparison with results from [Hoffmann 1984] and [Bauer 1979]
- 4.29 Backscattering spectra of bulk Al, Ag, Au with spherical spectrometer for grazing incidence and for different azimuthal take-off angles
- 4.30 Measured spectra of electrons transmitted through Au films with different thicknesses and backscattered spectra from bulk Gold („massive Probe“)
- 4.31 as 4.30 in logarithm representation
- 4.32 Most probable energy loss of transmitted electrons vs. film thickness and comparison with results from [Reimer 1978] and theory of Landau
- 4.33 Measured spectra of transmitted electrons compared to Monte-Carlo simulation with energy loss fluctuations
- 4.34 Backscattering spectra of free standing 43 nm Au-film for different azimuthal take-off angles and comparison to the backscattering from bulk sample („massives Gold“)
- 4.35 Angular distribution of the backscattering from 43 nm Au film for different energy windows of spectrometer
- 4.36 Angular distribution of transmitted electrons (43 nm Au film) for different energy windows of spectrometer
- 4.37 Backscattering spectra of Si single crystal sample, incidence along  $\langle 111 \rangle$  direction and detection under  $135^\circ$  showing anomalous absorption and transmission
- 4.38 Backscattering spectra of Si single crystal sample, incidence along  $\langle 111 \rangle$  direction and detection under  $135^\circ$  showing anomalous absorption and transmission
  
- A.1 Scheme of new sample holder for the UNIVEX 300 evaporation system
- A.2 Opened vacuum chamber of the evaporation system
- A.3 Sample holder of the evaporation system

## Anhang F: Vorträge und Veröffentlichungen

### Vorträge auf nationalen und internationalen Tagungen

1. **Apparatus for measurement of complete angular distribution of scattered electrons**  
D. Berger, H. Niedrig, T. Wittich  
Electron Microscopy 1996 (Proc. 11<sup>th</sup> EUREM, Dublin), published by CESM, Brussels (1998) I-283
2. **Measurement of complete angular distribution of backscattered electrons from tilted targets**  
D. Berger, H. Niedrig, T. Wittich  
Electron Microscopy 1996 (Proc. 11<sup>th</sup> EUREM, Dublin), published by CESM, Brussels (1998) I-285
3. **The spatial distribution of electrons backscattered from bulk targets: a fitting approach**  
T. Wittich, D. Berger  
Electron Microscopy 1996 (Proc. 11<sup>th</sup> EUREM, Dublin), published by CESM, Brussels (1998) I-319
4. **First results of BSE from bulk materials and layered structures using a new electrostatic spectrometer adapted to a standard scanning electron microscope**  
F. Schlichting, D. Berger, H. Niedrig, E. Rau  
Electron Microscopy 1996 (Proc. 11<sup>th</sup> EUREM, Dublin), published by CESM, Brussels (1998) I-279
5. **Measurements of complete angular distribution of electrons scattered from thin foils of pure metals and of alloys**  
D. Berger, H. Niedrig  
Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie 1997, Optik, Suppl. 7, **106** (1997) 84
6. **Measurement of electron spectra using a polar toroidal electrostatic spectrometer adapted to a standard SEM**  
D. Berger, H. Niedrig, F. Schlichting  
Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie 1997, Optik, Suppl. 7, **106** (1997) 28
7. **Measurement of complete angular distribution of electrons scattered from thin self-supporting metal-foils**  
D. Berger, H. Niedrig  
Electron Microscopy 1998 (Proc. 14<sup>th</sup> ICEM, Cancun), Ed. H.A. Calderon, M.J. Yacaman Inst. Phys. Publish., Bristol I-139
8. **Experimental determination of energy resolution and transmission characteristics of a toroidal spectrometer**  
D. Berger, M. Filippov, H. Niedrig, E.I. Rau, F. Schlichting  
Electron Microscopy 1998 (Proc. 14<sup>th</sup> ICEM, Cancun), Ed. H.A. Calderon, M.J. Yacaman Inst. Phys. Publish., Bristol IV-449
9. **Thickness determination of thin films using BSE spectra**  
F. Schlichting, D. Berger, H. Niedrig  
Electron Microscopy 1998 (Proc. 14<sup>th</sup> ICEM, Cancun), Ed. H.A. Calderon, M.J. Yacaman Inst. Phys. Publish., Bristol II-349
10. **Doppelt schwenkbares Energie-Spektrometer zur Aufnahme winkelaufgelöster Spektren von an dünnen Folien gestreuten Elektronen**  
D. Berger, H. Niedrig  
29. Tagung der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie 1999, Optik, Suppl. 8, **110** (1999) 14

**Veröffentlichungen in Fach- und Berufsverbandszeitschriften**

1. **Messung der vollständigen Winkelverteilung der Streuung von Elektronen an dünnen selbsttragenden Metallfilmen**  
D. Berger, H. Niedrig  
Elektronenmikroskopie, Mitteilungen der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie  
Nummer 17 (1998) 21
2. **Experimentelle Bestimmung der elektronenoptischen Eigenschaften eines toroidalen elektrostatischen Elektronenspektrometers und Anwendungen für die Schichtdickenbestimmung**  
D. Berger, M. Filippov, H. Niedrig, E.I. Rau, F. Schlichting  
Elektronenmikroskopie, Mitteilungen der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie  
Nummer 17 (1998) 20
3. **Thickness Determination of Ultra-Thin Films using BSE Spectra of a New Toroidal Spectrometer**  
F. Schlichting, D. Berger, H. Niedrig  
Scanning **21** (1999) 197-203
4. **Complete angular distribution of electrons backscattered from multicomponent specimens**  
D. Berger, H. Niedrig  
Scanning **21** (1999) 187-190
5. **Experimental determination of energy resolution and transmission characteristics of an electrostatic toroidal spectrometer adapted to a standard scanning microscope**  
D. Berger, M. Filippov, H. Niedrig, E.I. Rau, F. Schlichting  
J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena **105** (1999) 119

## Danksagung

Mein herzlicher Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Niedrig für das zur Verfügung gestellte Thema und das Interesse, das er stets meinen Ergebnissen entgegenbrachte. Er hat mich als Vorbild gelehrt, exakt und gewissenhaft zu arbeiten sowie die Ergebnisse geordnet zu präsentieren.

Herrn Prof. Dr. Bostanjoglo möchte ich für seine fortwährende Diskussionsbereitschaft fachlicher Probleme danken. Er hat mir nicht nur bei einigen meßtechnischen Fragestellungen entscheidend geholfen, sondern auch stets mein Interesse an der Physik neu entflammt.

Für die vielen fachlichen Anregungen bin ich auch den Gastwissenschaftlern Herrn Prof. Rau, Herrn Prof. Filippov und Herrn Dr. Zaitsev ebenso dankbar wie meinem Kollegen Herrn Schlichting für die Zusammenarbeit auf dem Gebiet der toroidalen Spektrometer. Herrn Nink danke ich seine stete Hilfsbereitschaft, die ihn mein Labor nicht verlassen ließen, bevor die Geräte endlich liefen.

Herrn Pawlowski danke ich für die Messungen der Oberflächenwölbungen, und Frau Chris Scharfenorth danke ich für die Messungen der optischen Spektren.

Ein großer Dank geht an die Mitarbeiter der Werkstätten des Optischen Instituts, vor allem Herrn Schmidt, Herrn Korndorf, Herrn Lamm, Herrn Frühbös, Herrn Noethen und Herrn Diepelt, für die schnelle Anfertigung der mechanischen Bauteile, die immer wieder alle Erwartungen an Präzision übertroffen haben.

Weiterhin möchte ich meinen Vater, meine Mutter und meinen Bruder dankend erwähnen, die mir nicht nur mit fachlicher Diskussion Beistand geleistet haben.

Mein liebster Dank gilt meiner Freundin Hade für ihre seelische Unterstützung und ihre Anerkennung der Arbeit. Schwein gehabt!

Außerdem hat sie sich genauso wie mein Vater, mein Bruder und Frau Birte Kramer bei dem Fehlerkorrektur verdient gemacht.

Auch danken möchte ich Frau Stefanie Kirchner für die jahrelange kritische und freundschaftliche Unterstützung.

Meinen Dank möchte ich den Mitarbeitern und Kollegen vom 2. Flur ausrichten, die für eine nette Atmosphäre gesorgt haben: Herrn Dömer, Herrn Gartenschläger, Frau Hadmut Hänschke, Herrn Jeschke, Herrn Kallmeyer, Herrn Kleinschmidt, Herrn Maass, Herrn Nink, Herrn Otte, Herrn Rietfort, Herrn Richter, Frau Friedel Rohn-Schwarz und Herrn Schlichting.

Der VW-Stiftung gilt der Dank für die Finanzierung meiner beiden Forschungsaufenthalte in Moskau und des Moskauer Rau-Spektrometers. Mein Tagungsbesuch in Cancun, Mexiko wurde freundlicherweise von der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie und dem Verein von Freunden der TU Berlin unterstützt.

## Literatur

- [Andrae 1996] M. Andrae, K. Röhrbacher, P. Klein, J. Wernisch, *Angular-dependent distributions for backscattered electrons-calculation of the surface ionization*, Scanning **18** (1996) 401
- [Aristov 1995] V.V. Aristov, E.I. Rau, E.B. Yakimov, "Apparatus" electron beam microtomography in SEM, phys. stat. sol (a) **150** (1995) 211
- [Ball 1981] M.D. Ball, D.G. McCartney, *The measurement of atomic number and composition in an SEM using backscattered detectors*, J. of Microscopy, **124** (1981) 57
- [Barber 1933] N.F. Barber, Proc. Leeds Phil. Soc. **2** (1933) 427
- [Bauer 1979] H.-D. Bauer, *Messungen zur Energieverteilung von Rückstreuelekttronen an polykristallinen Festkörpern*, Exp. Tech. Physik **27** (1979) 331
- [Berger 1963] M. J. Berger, *Monte Carlo calculation of the penetration and diffusion of fast charged particles*, in: *Methods in Computational Physics*, ed. B. Alder, S. Fernbach, M. Rotenberg, Academic Press, New York (1963) 135
- [Berger 1964] M.J. Berger, S.M. Seltzer, *Tables of energy loss and ranges of electrons and positrons*, Nuclear Science Series Report No. 39, NAS-NRC Publication No. 1133, National Academy of Science, Washington DC (1964) 205
- [Berger 1968] K. Berger, A. Illenberger, *Kontrolle und Regelung von Aufdampfvorgängen nach der Schwingquarzmethode*, BOSCH Techn. Berichte **2** (1968) 245
- [Berger 1996a] D. Berger, H. Niedrig, T. Wittich: *Apparatus for measurement of complete angular distribution of scattered electrons*, Electron Microscopy 1996 (Proc. 11<sup>th</sup> EUREM, Dublin), published by CESM, Brussels (1998) I-283
- [Berger 1996b] D. Berger, H. Niedrig, T. Wittich: *Measurement of complete angular distribution of backscattered electrons from tilted targets*, Electron Microscopy 1996 (Proc. 11<sup>th</sup> EUREM, Dublin), published by CESM, Brussels (1998) I-285
- [Berger 1997a] D. Berger, H. Niedrig, *Measurements of complete angular distribution of electrons scattered from thin foils of pure metals and of alloys*, Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie 1997, Optik, Suppl. 7, **106** (1997) 84
- [Berger 1997b] D. Berger, H. Niedrig, F. Schlichting, *Measurement of electron spectra using a polar toroidal electrostatic spectrometer adapted to a standard SEM*, Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie 1997, Optik, Suppl. 7, **106** (1997) 28
- [Berger 1998a] D. Berger, H. Niedrig, *Measurement of complete angular distribution of electrons scattered from thin selfsupporting metal-foils*, Electron Microscopy 1998 (Proc. 14<sup>th</sup> ICEM, Cancun), Ed. H.A. Calderon, M.J. Yacaman Inst. Phys. Publish., Bristol I-139
- [Berger 1998b] D. Berger, M. Filippov, H. Niedrig, E.I. Rau, F. Schlichting, *Experimental determination of energy resolution and transmission characteristics of a toroidal spectrometer*, Electron Microscopy 1998 (Proc. 14<sup>th</sup> ICEM, Cancun), Ed. H.A. Calderon, M.J. Yacaman Inst. Phys. Publish., Bristol IV-449
- [Berger 1998c] D. Berger, H. Niedrig, *Messung der vollständigen Winkelverteilung der Streuung von Elektronen an dünnen selbsttragenden Metallfilmen*, Elektronenmikroskopie, Mittlungen der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie Nummer 17 (1998) 21
- [Berger 1998d] D. Berger, M. Filippov, H. Niedrig, E.I. Rau, F. Schlichting, *Experimentelle Bestimmung der elektronenoptischen Eigenschaften eines toroidalen elektrostatischen Elektronenspektrometers und Anwendungen für die Schichtdickenbestimmung*, Elektronenmikroskopie, Mittlungen der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie Nummer 17 (1998) 20
- [Berger 1999a] D. Berger, H. Niedrig, *Doppelt schwenkbares Energie-Spektrometer zur Aufnahme winkelaufgelöster Spektren von an dünnen Folien gestreuten Elektro-*

- nen, 29. Tagung der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie 1999, Optik, Suppl. 8, **110** (1999) 14
- [Berger 1999b] D. Berger, H. Niedrig, *Complete angular distribution of electrons backscattered from multicomponent specimens*, Scanning **21** (1999) 187-190
- [Berger 1999c] D. Berger, M. Filippov, H. Niedrig, E.I. Rau, F. Schlichting, *Experimental determination of energy resolution and transmission characteristics of an electrostatic toroidal spectrometer adapted to a standard scanning microscope*, J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena **105** (1999) 119
- [Bethe 1930] H. Bethe, *Zur Theorie des Durchgangs schneller Korpuskularstrahlen durch Materie*, Annalen der Physik **5** (1930) 325
- [Birkhoff 1958] R.D. Birkhoff, *The passage of fast electrons through matter*, in: Handbuch der Physik Bd. 34, Hrsg. S. Flügge, Springer-Verlag Berlin 1958
- [Bishop 1965] H.E. Bishop, *Some electron backscattering measurements for solid targets*, Proc. IV Int.Congr.X-Ray Optics And Microanalysis (1965) 153
- [Bishop 1967] H. E. Bishop, *Some electron backscattering measurements for solid targets*, X-Ray Optics and Microanalysis (eds Castaing, Deschamps, Hermann) Paris 1967, 153
- [Bishop 1968] H.E. Bishop, *The absorption and atomic number corrections in electron-probe X-ray microanalysis*, Brit. J. Phys. **2** (1968) 673
- [Boersch 1964] H. Boersch, G. Jeschke, H. Raith, *Dynamische Theorie der elastischen Elektronenbeugung unter Verwendung komplexer Atomformfaktoren*, Z. f. Phys. **181**(1964) 436
- [Börner 1990] M. Börner, *Monte-Carlo-Simulationen der Elektronenstreuung an Festkörpern*, Diplomarbeit am Optischen Institut der Technischen Universität Berlin
- [Bothe 1933] W. Bothe, *Durchgang von Elektronen durch Materie*, in: Handbuch der Physik **22/2**, Hrsg. H. Geiger, K. Scheel, Springer-Verlag, 1933, 1
- [Bothe 1949] W. Bothe, *Einige einfache Überlegungen zur Rückdiffusion schneller Elektronen*, Ann. Physik 6. Folge Bd. 6 (1949) 45
- [Brand 1936] J. O. Brand, *Über die Energieverteilung rückdiffundierter Kathodenstrahlen*, Ann. Physik 5. Folge Bd. 26 (1936) 609
- [Brostin 1995] J. Brostin, *Compositional Imaging of Polymers Using a Field Emission Scanning Electron Microscope with a Microchannelplate Backscattered Electron detector*, Scanning **17** (1995) 327
- [Browning 1991] R. Browning, T. Eimori, E.P. Traut, B. Chui, R.F.W. Pease, *An elastic cross section model for use with Monte Carlo simulations of low energy electron scattering from high atomic number targets*, J. Vac. Sci. Technol. **B9** (1991) 3578
- [Browning 1995] R. Browning, T.Z. Li, B. Chui, J. Re, R.F.W. Pease, Z. Czyzewski, D.C. Joy, *Low-energy electron/atom elastic scattering cross sections from 0.1-30 keV*, Scanning **17** (1995) 250
- [Büchner 1973] A. R. Büchner, *Bestimmung der mittleren Ordnungszahl von Legierungen bei der quantitativen Mikrosondenanalyse*, Arch. Eisenhüttenwesen **44** (1973) 143
- [Casino 1997] 1) P. Hovington, D. Drouin, R. Gauvin, *CASINO: A new Monte Carlo code in C language for electron beam interaction - Part I: Description of the program*, Scanning **19** (1997) 1
- 2) D. Drouin, P. Hovington, R. Gauvin, *CASINO: A new Monte Carlo code in C language for electron beam interaction - Part II: Tabulated values of the Mott cross section*, Scanning **19** (1997) 20
- 3) P. Hovington, D. Drouin, R. Gauvin, D.C. Joy, N. Evans, *CASINO: A new Monte Carlo code in C language for electron beam interaction - Part III:*

*Stopping power at low energies*, Scanning **19** (1997) 29

- [Castaing 1960] R. Castaing, *Electron probe microanalysis*, Adv. Electronics and Electron Phys. **13** (1960) 317
- [Comstock] Bedienungsanleitung sphärisches Spektrometer AC-901, COMSTOCK Inc., 1005 Alvin Weinberg drive, Oak Ridge, Tennessee 37830, USA
- [Cosslett 1964] V.E. Cosslett, R.N. Thomas, *The plural scattering of 20 keV electrons*, Brit. J. Appl. Phys. **15** (1964) 235
- [Czyzewski 1990] Z. Czyzewski, D. O'Neill MacCallum, A. Romig, D.C. Joy, *Calculations of Mott scattering cross section*, J. Appl. Phys. **68** (1990) 3066
- [Darlington 1972] E.H. Darlington, V.E. Cosslett, *Backscattering of 0.5-10 keV electrons from solid targets*, J. Phys. D: Appl. Phys. **5** (1972) 1969
- [Darlington 1975] E.H. Darlington, *Backscattering of 10-100 keV electrons from thick targets*, J. Phys. D: Appl. Phys. **8** (1975) 85
- [Ding 1990] Z.-J. Ding, H. Yoshikawa, R. Shimizu, *Angular distribution of elastic reflected electrons from Au*, phys. stat. sol.(b) **161** (1990) 257
- [Ding 1994a] Z.-J. Ding, R. Shimizu, K. Goto, *Background formation in the low-energy region in Auger electron spectroscopy*, J. Appl. Phys. **76** (1994) 1187
- [Ding 1994c] Z.-J. Ding, Z.Q. Wu, *Monte Carlo calculation of X-ray depth profiles in Si substrate coated with films*, J. Appl. Phys. D **27** (1994) 387
- [Ding 1995] Z.-J. Ding, T. Nagatomi, R. Shimizu, K. Goto, *Monte Carlo simulation of background in AES: a comparison with experiment*, Surf. Sci. **336** (1996) 397
- [Ding 1996] Z.-J. Ding, R. Shimizu, *A Monte Carlo modeling of electron interaction with solids including cascade secondary electron production*, Scanning **18** (1996) 92
- [Dreomova 1993] N.N. Dreomova, A.P. Drokin, S.I. Zaitsev, E.I. Rau, E.B. Yakimov, *Characterization of multilayer microstructures and surface relief using backscattered electrons in a scanning electron microscope*, Bulletin of Russian Academy of sciences **57** (1993) 1305
- [Drescher 1970] H. Drescher, L. Reimer, H. Seidel, *Rückstreuoeffizient und Sekundärelektronen-Ausbeute von 10-100 keV-Elektronen und Beziehungen zur Raster-Elektronenmikroskopie*, Z. f. Angew. Physik **29** (1970) 331
- [Drouin 1994] D. Drouin, R. Gauvin, D.C. Joy, *Computation of polar angle of collision from partial elastic Mott cross-sections*, Scanning **16** (1994) 67
- [Duncumb 1968] P. Duncumb, S.J.B. Reed, *The calculation of stopping power and backscatter effects in electron probe microanalysis*, Quant. e-probe Microanalysis: NBS Spec. Publ. (1968) 133
- [Egerton 1981] R. F. Egerton, *The range of validity of EELS microanalysis formulae*, Ultra-microscopy **6** (1981) 297
- [Fink 1970] M. Fink, A.C. Yates, *Electron scattering and polarization*, Atomic Data **1** (1970) 386
- [Fitting 1975] H.-J. Fitting, *The energy loss of transmitted and backscattered electrons*, J. Phys. D: Appl. Phys. **8** (1975) 1480
- [Fitting 1977] H.-J. Fitting, *Sekundärelektronenemission bei variablen Anregungswinkel*, Wiss. Zeitschr. der Wilhelm-Pieck-Universität Rostock **26 Heft 6** (1977) 707
- [Fitting 1991] H.-J. Fitting, C. Hinkfoth, H. Glaeffke, J.-C. Kuhr, *Electron scattering in the keV and Sub-keV Range*, phys. stat. sol. (a) **126** (1991) 85
- [Flügge 1965] S. Flügge, *Rechenmethoden der Quantenmechanik*, 3. Auflage, Springer Verlag, Berlin 1965



- [Froitzheim 1975] H. Froitzheim, H. Ibach, S. Lehwald, *Reduction of spurious background peaks in electron spectrometers*, Rev. Sci. Instrum. **46** (1975) 1325
- [Gauvin 1993] R. Gauvin, D. Drouin, *A formula to compute total elastic Mott cross-sections*, Scanning **15** (1993) 140
- [Geiger 1968] J. Geiger, *Elektronen und Festkörper*, Sammlung Vieweg Band 128, Hrsg. H. Ebert, Verlag Friedr. Vieweg&Sohn, 1968
- [Gérard 1995] P. Gérard, J.L. Balladore, J.P. Martinez, A. Ouabbou, *Experimental determination of angular distributions of electrons backscattered by bulk gold and silicon samples*, Scanning **17** (1995) 377
- [Gomoyunova 1965] M.V. Gomoyunova, N.A. Letunov, *Inelastic scattering of electrons by alkali-halide compounds*, Sov. Phys.-Solid State **7** (1965) 311
- [Grachev 1980] B.D. Grachev, V.V. Grebenshchikov, S.S. Kozlovskii, Y.S. Korobochko, V.I. Mineev, *Energy spectra and angular distributions of electrons with energy up to 100 keV scattered by a massive silicon crystal*, Sov. Phys. Solid State **22** (1980) 1533
- [Greiner 1995] W. Greiner, *Quantenelektrodynamik*, Verlag Harri Deutsch, Frankfurt am Main (1995) ISBN 3-8171-1426-5
- [Gueorguiev 1996] Y.M. Gueorguiev, G.M. Mladenov, D.I. Ivanov, *Monte Carlo simulation of inclined incidence of fast electrons to solids*, J. Vac. Sci. Technol. **B14** (1996) 2462
- [Hamamatsu 1996] Hamamatsu, *Photon counting*, Technical Information Sept. 1996
- [Heinrich 1981] K.F.J. Heinrich, *Electron Probe Microanalysis by Specimen Current Measurement*, Electron Beam X-Ray Microanalysis, Van Nostrand-Reinhold, New York (1981) 245
- [Herrmann 1984] R. Herrmann, L. Reimer, *Backscattering Coefficient of Multicomponent Specimens*, Scanning **6** (1984) 20
- [Hoffmann 1984] K. E. Hoffmann, H. Schmoranzner, *Inelastic and elastic multiple scattering of fast electrons described by the transport equation*, in: *Electron beam interaction with solids*, Ed. D.F. Keyser et. al., SEM Inc., AMF O'Hare, IL (1984) 209
- [Hohn 1972] F.J. Hohn, H. Niedrig, *Elektronenrückstreuung an dünnen Metall- und Isolatorschichten*, Optik **35** (1972) 290
- [Howell 1998a] P.G.T. Howell, K.M.W. Davy, A. Boyde, *Mean atomic number and backscattered electron coefficient calculations for some materials with low mean atomic number*, Scanning **20** (1998) 35
- [Howell 1998b] P.G.T. Howell, A. Boyde, *Monte Carlo Simulation of electron backscattering from compounds with low mean atomic number*, Scanning **20** (1998) 45
- [Hunger 1979] H.-J. Hunger, L. Küchler, *Measurements of the electron backscattering coefficient for quantitative EPMA in the energy range of 4 to 40 keV*, phys. stat. sol. (a) **56** (1979) K45
- [Hylla 1986] W. Hylla, H. Niedrig, T. Wittich, *The use of silicon avalanche diodes as energy sensitive electron detectors*, Proc. 11<sup>th</sup> Int. Congr. electron microscopy, Kyoto (1986) 443
- [Iafate 1976] G.J. Iafate, W.S. McAfee, A. Ballato, *Electron backscattering from solids and double layers*, J. Vac. Sci. Technol. **13** (1976) 843
- [Ichimura 1988] S. Ichimura, Z.-J. Ding, R. Shimizu, *Simulation of electron/solid interaction and its application to quantitative analysis by Auger electron spectroscopy*, Surf. Interf. Anal. **13** (1988) 149
- [Jablonski 1989] A. Jablonski, *Elastic scattering and quantification in AES and XPS*, Surface and Interface Analysis **14** (1989) 659
- [Jablonski 1993] A. Jablonski, C. Jansson, S. Tougaard, *Elastic electron backscattering from*

- surfaces: *Prediction of maximum intensity*, Phys. Rev. **B 47** (1993) 7420
- [Jeschke 1970] G. Jeschke, H. Niedrig, *The absorption coefficient in the BJR dynamical theory of electron diffraction*, Acta Crystallographica, **A26** (1970) 114
- [Joy 1989] D.C. Joy, S. Luo, *An empirical stopping power relationship for low-energy electrons*, Scanning **11** (1989) 176
- [Kaczmarek 1987] D. Kaczmarek, Z. Czyzewski, J. Hejna, Z. Radzimski, *Investigation of surface topography using the backscattered electron signal*, Scanning **9** (1987) 109
- [Kaczmarek 1997] D. Kaczmarek, *The Method of Increasing COMPO Contrast by Linearization of Backscattering Characteristic*, Scanning **19** (1997) 310
- [Kaczmarek 1999] D. Kaczmarek, *Rekonstrukcja obrazu powierzchni próbki w elektronowym mikroskopie skaningowym za pomocą elektronów wstecznie rozproszonych*, Habilitationsschrift ISBN 83-7085-410-9
- [Kalef-ezra 1982] J. Kalef-ezra, Y.S. Horowitz, J.M. Mack, *Electron Backscattering from low Z thick absorbers*, Nucl. Instrum. Meth. **195** (1982) 587
- [Kanter 1957] H. Kanter, *Zur Rückstreuung von Elektronen im Energiebereich von 10 bis 100 keV*, Ann. Physik 6. Folge Bd. 20 (1957) 144
- [Kotera 1981] 1) M. Kotera, K. Murata, K. Nigam, *Monte Carlo simulation of 1-10 keV electron scattering in a gold target*, J. Appl. Phys. **52** (1981) 997  
2) M. Kotera, K. Murata, K. Nigam, *Monte Carlo simulation of 1-10 keV electron scattering in an aluminum target*, J. Appl. Phys. **52** (1981) 7403
- [Küchler 1982] L. Küchler, H. J. Hunger, *Messung der Elektronenrückstreuungskoeffizienten im Energiebereich 4-40 keV*, Exp. Tech. Phys **30** (1982) 335
- [Kuhlenkampff 1954] H. Kuhlenkampff, W. Spyra, *Energieverteilung rückdiffundierter Elektronen*, Z. Physik **137** (1954) 416
- [Kuhlenkampff 1958] H. Kuhlenkampff, K. Rüttiger, *Untersuchungen der Energieverteilung rückdiffundierter Elektronen an dünnen Metallschichten*, Z. Physik **152** (1958) 249
- [Kuhr 1998] J.-C. Kuhr, *Monte Carlo Simulation der sub-keV-Elektronenstreuung für Anwendungen in der Elektronenmikroskopie und Elektronenspektroskopie*, Dissertation Universität Rostock (1998)
- [Landau 1944] L. Landau, *On the energy loss of fast particles by ionization*, Journal of Physics **8** (1944) 201
- [Liljequist 1985] D. Liljequist, *Simple generalized oscillator strength density model applied to the simulation of keV electron-energy-loss distribution*, J. Appl. Phys. **57** (1985) 657
- [Ly 1992] T. D. Ly, D. G. Howitt, *A Monte Carlo calculation of the backscattering coefficient for a multilayer sample*, Scanning **14** (1992) 11
- [Ly 1995] T.D. Ly, D.G. Howitt, M.K. Farrens, A.B. Harker, *Monte Carlo calculations for specimens with microstructures*, Scanning **17** (1995) 220
- [Matsukawa 1974] T. Matsukawa, R. Shimizu, H. Hashimoto, *Measurements of the energy distribution of backscattered kilovolt electrons with a spherical retarding-field energy analyser*, J. Phys. D: Appl. Phys. **7** (1974) 695
- [Mayer 1950] H. Mayer, *Physik dünner Schichten*, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart, 1950
- [McDonald 1971] R. McDonald, A.M. Lamki, C.F.G. Delaney, *The attenuation and backscattering of electron beams by thin films*, J. Phys. D: Appl. Phys. **4** (1971) 1210
- [Mott 1965] N.F. Mott, H.S.W. Massey, *The theory of atomic collisions*, Oxford University Press, London 1965
- [Müller 1954] R. H. Müller, *Interaction of Beta Particles with Matter*, Phys. Rev. **93** (1954)

- [Murata 1974] K. Murata, *Spatial distribution of backscattered electrons in the scanning electron microscope and electron microprobe*, J. Appl. Phys. **45** (1974) 4110
- [Murata 1982] K. Murata, *Monte Carlo simulation of electron scattering in resist film / substrate targets*, in: *Electron beam interaction with solids*, Ed. D.F. Keyser et. al., SEM Inc., AMF O'Hare, IL (1982) 311
- [Murata 1995] K. Murata, M. Yasuda, H. Kawata, *Effects of the introduction of the discrete energy loss process into Monte Carlo simulation of electron scattering*, Scanning **17** (1995) 228
- [Niedrig 1981] H. Niedrig, *Simple theoretical models for electron backscattering from solid films*, Scanning Electron Microscopy, SEM Inc. Publ. (1981) 29
- [Niedrig 1982] H. Niedrig, *Electron backscattering from thin films*, J. Appl. Phys. **53** (1982) R 15
- [Niedrig 1984] H. Niedrig: *Analytical models in electron scattering*, in: *Electron Beam Interaction with Solids*, Ed. D.F. Keyser et. al., SEM Inc. Publ. (1984) 51
- [Niedrig 1998] H. Niedrig, E.I. Rau, *Information depth and spatial resolution in BSE microtomography in SEM*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. **B142** (1998) 523
- [Nigam 1959] B.P. Nigam, M.K. Sundaresan, T-Y. Wu, *Theory of multiple scattering: second Born approximation and corrections to Molière's work*, Phys. Rev. **115** (1959) 491
- [Ohya 1994] 1) K. Ohya, T. Itotani, J. Kawata, *Monte Carlo simulation of secondary electron emission from rough surface*, Jpn. J. Appl. Phys. **33** (1994) 1153  
2) K. Ohya, *Secondary electron emission and backscattering from a metal surface under low-energy positron and electron bombardment*, Jpn. J. Appl. Phys. **33** (1994) 4736
- [Raith 1968] H. Raith, *Komplexe Atomstreuamplituden für die elastische Elektronenstreuung an Festkörpern*, Acta Cryst. **A24** (1968) 85
- [Rao-Sahib 1974] T.S. Rao-Sahib, D.B. Wittry, *X-ray continuum from thick elemental targets for 10 - 50 keV electrons*, J. Appl. Phys. **45** (1974) 5060
- [Rau 1988] E.I. Rau, *SEM tomography: solid state media and microfields*, Scanning **10** (1988) 191
- [Rau1996] persönliche Mitteilung
- [Reimer 1968] L. Reimer, *Monte Carlo Rechnungen zur Elektronendiffusion*, Optik **27** (1968) 86
- [Reimer 1973] E.R. Krefting, L. Reimer, *Monte Carlo Rechnungen zur Elektronendiffusion*, in: *Quantitative analysis with electron microprobes and secondary ion mass spectrometry*, (Ed. E. Preuss), Jül-Conf-8, Kernforschungsanlage Jülich (1973) 114
- [Reimer 1976] L. Reimer, E.R. Krefting, *The effect of scattering models on the results of Monte Carlo calculations*, in: *Use of Monte Carlo calculations in electron probe microanalysis and scanning electron microscopy*, National Bureau of Standards Special Publication 460, Washington DC (1976) 45
- [Reimer 1978] L. Reimer, K. Brockmann, U. Rhein, *Energy losses of 20-40 keV electrons in 160-650  $\mu\text{g cm}^{-2}$  metal films*, J. Phys. D: Appl. Phys. **11** (1978) 2151
- [Reimer 1984a] L. Reimer, *Transmission electron microscopy*, Springer Verlag, Berlin 1984
- [Reimer 1984b] L. Reimer, B. Lödging, *Calculation and tabulation of Mott cross-sections for large-angle electron scattering*, Scanning **6** (1984) 128
- [Reimer 1986] L. Reimer, D. Stelter, *Fortran 77 Monte Carlo program for microcomputers using Mott cross-sections*, Scanning **8** (1986) 265

- [Reimer 1992] L. Reimer, R. Senkel, *Calculation of energy spectra of electrons transmitted through thin aluminum foils*, J. Phys. D: Appl. Phys. **25** (1992) 1371
- [Reimer 1998] L. Reimer, *Scanning electron microscopy*, Springer Verlag, Berlin 1998
- [Reimer: Mocasim] 1) Handbuch zum Softwarepaket MOCASIM von L. Reimer  
2) L. Reimer, *MOCASIM - Ein Monte Carlo Programm für Forschung und Lehre*, Beitr. elektr. mikr. Direktabbildung und Analyse von Oberfl. **29** (1996) 1
- [Rosenberg 1999] N. Rosenberg, C.Z. Jiang, P. Morin, *Monte Carlo simulations of coaxial back-scattered electrons in SEM*, Ultramicroscopy **76** (1999) 97
- [Saldick 1954] J. Saldick, A.O. Allen, *The Yield of Oxidation of Ferrous Sulfate in Acid Solution by High-Energy Cathode Rays*, The J. of Chem. Phys. **22** (1954) 438
- [Sauerbrey 1959] G. Sauerbrey, *Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung*, Z. f. Physik **155** (1959) 206
- [Schindler 1999] B. Schindler, *Untersuchungen zur energiegefilterten Abbildung und Spektroskopie in einem Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop*, Dissertation an der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster 1999
- [Schlichting 1998] F. Schlichting, D. Berger, H. Niedrig, *Thickness determination of thin films using BSE spectra*, Electron Microscopy 1998 (Proc. 14<sup>th</sup> ICEM, Cancun), Ed. H.A. Calderon, M.J. Yacaman Inst., Phys. Publish., Bristol II-349
- [Schlichting 1999] F. Schlichting, D. Berger, H. Niedrig, *Thickness Determination of Ultra-Thin Films using BSE Spectra of a New Toroidal Spectrometer*, Scanning **21** (1999) 197-203
- [Schlichting 2000] F. Schlichting, Dissertation am Optischen Institut der Technischen Universität Berlin (2000)
- [Schmoranzner 1975] H. Schmoranzner, H. Grabe, B. Schiewe, *Energy analysis of large-angle keV electron scattering from solid targets*, Appl. Phys. Lett. **26** (1975) 483
- [Schmoranzner 1976] H. Schmoranzner, H. Grabe, *Absolute differential cross sections for scattering of 40 keV electrons from thin gold and carbon films*, Proc. 6<sup>th</sup> European congress on electron microscopy, Jerusalem (1976) 293
- [Schreiber 1968] G. Schreiber, W. Schwarz, *Zusammenhang zwischen der Ordnungszahl des Probenmaterials und dem Signal der Absorbierten, rückgestreuten und sekundär ausgelösten Elektronen*, Beitr. em. Direktabb. Oberfl. **1** (1968) 107
- [Seidel 1972] H. Seidel, *Messungen zum Rückstreu- und Transmissionskoeffizienten an polykristallinem Material und zur Orientierungsanisotropie des Rückstreu- und Sekundärelektronenausbeute für 9 bis 100 keV-Elektronen*, Dissertation an der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster, 1972
- [Shimizu 1972] R. Shimizu, T. Ikuta, K. Murata, *The Monte Carlo technique as applied to the fundamentals of EPMA and SEM*, J. Appl. Phys. **43** (1972) 4233
- [Shimizu 1975] R. Shimizu, Y. Kataoka, T. Matsukawa, T. Ikuta, K. Murata, H. Hashimoto, *Energy distribution measurement of transmitted electrons and Monte Carlo simulation for kilovolt electron*, J. Phys. D: Appl. Phys. **8** (1975) 820
- [Shimizu 1976] R. Shimizu, Y. Kataoka, T. Ikuta, T. Koshikawa, H. Hashimoto, *A Monte Carlo approach to the direct simulation of electron penetration in solids*, J. Phys. D: Appl. Phys. **9** (1976) 101
- [Shimizu 1983] R. Shimizu, S. Ichimura, *Direct Monte Carlo simulation of scattering process of kV electrons in aluminum: comparison of theoretical N(E) spectra with experiment*, Surf. Sci. **133** (1983) 250
- [Shimizu 1984] R. Shimizu, S. Ichimura, *Direct Monte Carlo simulation of kV electron scattering processes- N(E) spectra for Aluminum*, in: *Electron beam interaction with solids*, Ed. D.F. Keyser et. al., SEM Inc., AMF O'Hare, IL (1984) 311
- [Sogard 1980] M.R. Sogard, *An empirical study of electron backscattering from thin films*, J.

- Appl. Phys. **51** (1980) 4417
- [Staub 1994] P.-F. Staub, *Bulk target backscattering coefficient and energy distribution of 0.5-100 keV electrons: an empirical and synthetic study*, J. Phys. D: Appl. Phys. **27** (1994) 1533
- [Sternglass 1954] E. J. Sternglass, *Backscattering of kilovolt electrons from solids*, Phys. Rev. **95** (1954) 345
- [Thümmel 1974] H.-W. Thümmel, *Durchgang von Elektronen- und Betastrahlung durch Materieschichten, Streuabsorptionsmodelle*, Akademie-Verlag, Berlin 1974
- [Tolansky 1948] S. Tolansky, *Multiple beam interferometry of films and substrates*, Clarendon Press, Oxford, 1948
- [Uchikawa1992] Y. Uchikawa, K. Gouhara, S. Yamada, T. Ito, T. Kodama, P. Sardeshmukh, *Comparative study of electron counting and conventional analogue detection of secondary electrons in SEM*, J. Electron Microsc. **41** (1992) 253
- [Verma 1977] R. L. Verma, *The backscattering of electrons from reduced lead glass*, J. Phys. D: Appl. Phys. **10** (1977) 1735
- [Wannberg 1985] B. Wannberg, *Effects of mechanical imperfections in a hemispherical electron spectrometer*, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. **A239** (1985) 269
- [Wentzel 1927] G. Wentzel, *Zwei Bemerkungen über die Zerstreuung korpuskularer Strahlen als Beugungserscheinung*, Z. Phys. **40** (1927) 590
- [Wittich 1995] T. Wittich, *Messungen zur Energie- und Winkelverteilung gestreuter Elektronen an massiven einatomigen Targets bei 20 keV*, Dissertation am Optischen Institut der Technischen Universität Berlin, ISBN 3-8265-0870-X
- [Wittich 1996] T. Wittich, D. Berger: *The spatial distribution of electrons backscattered from bulk targets: a fitting approach*, Electron Microscopy 1996 (Proc. 11<sup>th</sup> EUREM, Dublin), published by CESM, Brussels (1998) I-319
- [Yasuda 1995] M. Yasuda, H. Kawata, K. Murata, *Study of the spatial distribution of backscattered electrons from a gold target with a new Monte Carlo simulation*, J. Appl. Phys. **77** (1995) 4706
- [Yasuda 1996] M. Yasuda, H. Kawata, K. Murata, *The spatial distribution of backscattered electrons calculated by a simple model*, phys. stat sol. (a) **153** (1996) 133
- [Zaitsev 1999a] Abschlußbericht bei der DFG Az. 436 RUS 17/18/99
- [Zaitsev 1999b, 2000] persönliche Mitteilungen



## Lebenslauf

---

Dirk Berger

geb. am 31.1.1969 in Berlin  
Familienstand: ledig



### Ausbildung

Sept. 1975 bis Juli 1981 Freiherr-von-Hünefeld-Grundschule, Berlin Steglitz

Sept. 1981 bis Juni 1988 Paulsen-Oberschule, Berlin Steglitz, Abschluß Abitur, Note 1,7

Juni 1988 bis Sept. 1988 Hochschulpraktikum bei der Siemens-AG

Okt. 1988 bis Okt. 1994 Physikstudium an der Technischen Universität Berlin

Diplomarbeit auf dem Gebiet der Laserphysik in der Lasergruppe des Optischen Instituts bei Prof. H.-J. Eichler in einem Kooperationsprojekt mit dem Max-Born-Institut, Berlin, Note „sehr gut“

Okt. 1994 Abschluß Diplomphysiker, Note „sehr gut“

1995 Erwerb der Fachkunde Strahlenschutz, Tätigkeitsgruppe 2

14.4.2000 Abschlußprüfung der Promotion, Note „sehr gut“

### Berufsweg

Feb. 1989 bis März 1989 Werkstudent im Meßgerätewerk Berlin der Siemens-AG

Sept. 1991 bis Aug. 1994 Studentischer Mitarbeiter in der Abteilung Optische Signalverarbeitung des Heinrich-Hertz-Instituts, Berlin, Arbeitsgebiet: Design und Erzeugung von Antireflexionsschichten durch Ionensputtertechnik

Nov. 1994 - April 1995 Tätigkeit auf der Basis von Werkverträgen mit dem Heinrich-Hertz-Institut, Berlin, Arbeitsgebiet: Design, Herstellung und Analyse von dünnen Schichtpaketen für Wellenleiterkomponenten

April 1995 - April 2000 Wissenschaftlicher Mitarbeiter bei Prof. Dr. Ing. H. Niedrig, Optisches Institut der Technische Universität Berlin, Arbeitsgebiet: Messung der Energie- und vollständigen Winkelverteilung gestreuter Elektronen bei 20 kV für Anwendungen in der Rasterelektronenmikroskopie, Lehraufträge in der großen Experimentalphysikvorlesung des Grundstudiums und im Fortgeschrittenenpraktikum des Hauptstudiums

